



ANTIMON V NEHOŘLAVÉ ÚPRAVĚ TEXTILIÍ ANTIMONY IN FIREPROOF FABRIC

Bakalářská práce

Studijní program: B3107 – Textil
Studijní obor: 3107R011- Textilní materiály a zkušebnictví
Autor práce: **Kateřina Medková**
Vedoucí práce: Ing. Mária Průšová
Konzultant: prof. Ing. Jakub Wiener, PhD.



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta textilní

Akademický rok: 2014/2015

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Kateřina Medková**
Osobní číslo: **T11000223**
Studijní program: **B3107 Textil**
Studijní obor: **Textilní materiály a zkušebnictví**
Název tématu: **Antimon v nehořlavé úpravě textilií**
Zadávající katedra: **Katedra materiálového inženýrství**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

- 1) Rešerše
- 2) Připravte bavlněné vzorky s definovaně odlišným obsahem antimonu
- 3) Na připravených vzorcích otestujte hořlavost a sledujte chování obsaženého antimonu při expozici plamenem
- 4) K prvkové analýze textilií použijte instrumentální analytické metody jako je např. LIBS, XRF
- 5) Výsledky diskutujte z hlediska reálného chování bavlny při tepelné expozici (např. požár)

Prohlášení

Byla jsem seznámena s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědoma povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé bakalářské práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum:

Podpis:

Poděkování

Ráda bych vyjádřila poděkování mé vedoucí práce Ing. Márii Průšové za cenné rady, vstřícnost a připomínky během konzultací a odborné vedení mé bakalářské práce. Dále mé poděkování patří konzultantovi prof. Ing. Jakubu Wienerovi, Ph.D. za jeho cenné rady při konzultaci a řešení problémů. Poděkování patří i Mgr. Martinu Slavíkovi, Ph.D. za umožnění provedení části experimentu a dalším učitelům za jejich rady. V neposlední řadě bych chtěla poděkovat mému příteli Tomáši Vaňkovi, kamarádům a celé rodině za jejich ochotu, rady a podporu při celém studiu a psaní bakalářské práce.

Abstrakt

Tato práce se zabývá sledováním změny koncentrace antimonu po expozici plamenem. Testovala jsem bavlněnou a směšovou tkaninu, na které byla aplikovaná nehořlavá úprava.

Pro experiment jsem použila textilií nehořlavě upravenou pomocí prostředku Myflam, ve kterém je antimon obsažen. Pomocí spektroskopických metod jsem sledovala změnu prvkového složení textilního materiálu po expozici plamenem. Pro analýzu jsem zvolila spektrometrii laserem buzeného plazmatu (LIBS). Je to druh atomové emisní spektroskopie, která nám umožňuje mapování koncentrace antimonu v ploše textilie. Nehořlavě upravená tkanina byla následně proměřená metodou rentgen-fluorescenční spektrometrie (XRF).

Klíčová slova: Nehořlavá úprava, bavlněná tkanina, směšová tkanina, Myflam, antimon, LIBS

Abstract

This work study a change of concentration of antimony after exposure of flame. I have tested cotton and blended fabrics on which were applied fireproof modification.

I used a fireproof modified textile by a Myflam, in which is antimony, for experiment. I studied a change of elemental composition in the textile material after exposure of flame by spectroscopic methods. I chose the laser induced breakdown spectroscopy (LIBS) for analysis. It is a kind of atomic emission spectroscopy, which allowed us mapping of concentration of antimony in the surface of textile. Fireproof modified fabric was subsequently measured by X-ray fluorescence (XRF).

Keywords: Fireproof, cotton fabric, blended fabric, Myflam, Antimon, LIBS

Obsah

Prohlášení.....	3
Poděkování.....	4
Abstrakt.....	5
1 Úvod.....	8
2 Teoretická část	9
2.1 Nehořlavá úprava	9
2.1.1 Hořlavost textilních materiálů.....	9
2.1.2 Hoření.....	9
2.1.3 Faktory ovlivňující hořlavost materiálu	10
2.1.4 Fáze hoření.....	11
2.1.5 Druhy nehořlavých povrchových úprav	11
2.1.6 Nehořlavé úpravy u celulóзовých vláken	12
2.1.7 Retardace hoření.....	12
2.1.8 Zkoušení hořlavosti textilií	12
2.2 Antimon	14
2.2.1 Vlastnosti a použití.....	15
2.2.2 Toxicita	16
2.3 Bavlna	17
2.3.1 Struktura bavlny	18
2.3.2 Vlastnosti bavlny.....	18
2.3.3 Celulóza	19
2.4 Len	20
2.4.1 Vlastnosti	20
2.5 Viskóзовá vlákna.....	21
2.5.1 Výroba.....	21
2.5.2 Vlastnosti	21
2.6 Polyesterová vlákna	22
2.6.1 Výroba polyesteru	22
2.6.2 Vlastnosti polyesteru.....	22
2.7 Spektroskopie Laserem Buzeného Plazmatu (LIBS)	23
2.7.1 Metoda LIBS	24
2.7.2 Vlastnosti a použití.....	25
2.7.3 Laser.....	26

2.7.4	Laserový elementární analyzátoru LEA S500.	27
2.8	Rentgenofluorescenční spektrometrie (XRF)	28
2.8.1	Spektrometr ElvaX II	28
3	Experimentální část	29
3.1	Použité textilie v experimentu	30
3.2	Použité chemikálie	31
3.3	Pomůcky a zařízení	32
3.4	Použité přístroje	33
3.5	Experimenty	35
3.5.1	Příprava vzorků	35
3.5.2	Příprava kalibračních vzorků	37
3.5.3	Měření kalibračních vzorků tkaniny metodou LIBS	38
3.5.4	Měření vzorků tkaniny metodou XRF	39
3.5.5	Testování nehořlavé úpravy spalovací zkouškou	40
3.5.6	Příprava vzorků tkaniny na mapování metodou LISB	40
3.5.7	Mapování vzorků tkaniny metodou LIBS	41
3.5.8	Zpracování dat z mapování vzorků tkaniny metodou LIBS	41
3.5.9	Vybrané statistické charakteristiky	42
3.6	Výsledky měření	43
3.6.1	Vzorky tkaniny pro kalibraci metody LIBS	43
3.6.2	Vyhodnocení vzorků tkaniny metody XRF	45
3.6.3	Hodnocení vzorků tkaniny z testování nehořlavé úpravy	52
3.6.4	Vyhodnocení mapování vzorků tkaniny metody LIBS	55
4	Diskuze	56
5	Závěr	57
	Seznam literatury	59
	Seznam použitých symbolů a zkratk	62
	Seznam obrázků	63
	Seznam tabulek	65
	Seznam grafů	67
	Přílohy	68
	Příloha A - Tabulky z vybrané statistické charakteristiky	68

1 Úvod

Antimon je chemický prvek, který vzhledem ke své toxicitě, může svými účinky poškodit zdraví člověka. I přesto se stále používá v prostředcích pro nehořlavou úpravu textilií. V mojí práci jsem používala prostředek s názvem Myflam, který obsahuje antimon. Tenhle prostředek byl nanesen na přírodní a syntetické textilie. Myflam je používán v čalounictví, v automobilovém průmyslu a v interiérech pro letadla, v textiliích ochranných proti slunci a ochranných celtách.

Textilie bývá většinou hlavní příčinou k vzniku požáru, protože je lehce zápalná, má vysokou rychlost šíření ohně a při jejím hoření vzniká vysoká teplota. Nehořlavá úprava textilií je ochrana proti dalšímu vznícení a zpomalení hoření.

Cílem této bakalářské práce bylo sledovat změny koncentrace antimonu v ploše textilie metodou LIBS po expozici plamenem. Mapováním prvkového složení textilií. V experimentu bylo použito měření rentgenové fluorescenční spektroskopii a spektroskopii laserem buzeného plazmatu.

Bakalářská práce je rozdělena na dvě části a to teoretickou a experimentální. V první teoretické části jsem popsala nehořlavou úpravu, antimon, bavlnu, len, viskózu, polyester a metodu LIBS a XRF. Ve druhé části jsem se zabývala přípravou vzorků tkaniny, měřením na spektrometru ElvaX II metodou XRF. Dále spalovací zkouškou na přístroji Atlas HMTV Horizontal flame chamber a mapováním vzorků tkaniny metodou LIBS na přístroji LEA S500.

2 Teoretická část

2.1 Nehořlavá úprava

Nehořlavá úprava se začala poprvé používat pro vojenské účely. Dále pro speciální ochranné obleky a veřejné sektory. Později se tyto úpravy rošířily až do soukromých sektorů.

V minulosti se věda hlavně zabývala úpravou celulózových materiálů, protože jejich podíl na vzniku požáru byl vysoký. V 18. století byl vymyšlen postup na snížení hořlavosti těchto tkanin, a to impregnací vodním roztokem kamence síranu železnatého a boraxu.[1]

2.1.1 Hořlavost textilních materiálů

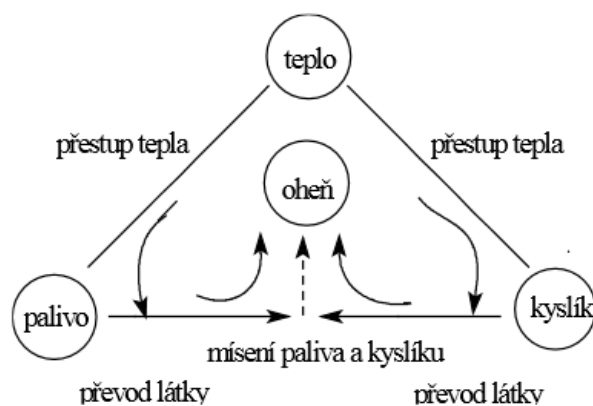
Textilní materiály můžeme rozdělit podle hořlavosti na 3 skupiny.

1. Hořlavé - řadíme tam textilie, které po zapálení plamenem hoří, i když plamen oddálíme (celulózová vlákna, vlna, polyester, polyamid)
2. Samo zhášecí - textilie, které po zapálení hoří, ale po oddálení plamene zhasnou
3. Nehořlavé - textilie vůbec nehoří ani v plameni

Látky odolné vysokým teplotám známe už z počátku 60-tých let. Vývoj termicky stálých vláken byl na stejné úrovni jako u plastů. Vlákná na základě aromatických polyamidů jsou stabilně odolná vůči vysokým teplotám. Do téhle skupiny můžeme zařadit Nomex a Fenylon. Jsou to vlákna, která se připravují z 1,3-fenyldiaminu a chloridu kyseliny izoftalové. Další vlákna jsou Kevlarová, která jsou odolná vůči vysoké teplotě a jsou chemicky stabilní. Připravují se z dichloridu kyseliny tereftalové a 1,4 -fenyldiamin. [1]

2.1.2 Hoření

Hoření je proces, který probíhá od začátku působení tepla na materiál na vzduchu až do uhasnutí plamene. Je to soustava dějů fyzikálně-chemických. Teplo vzniká pomocí chemické reakce. Závisí na rychlosti přísunu a odběru tepla. Proces hoření je složen z tepla, paliva a kyslíku.[1], [2]



Obr. 2.1: Schéma procesu hoření[3]

Při exotermických reakcích se musí tvorba tepla vyrovnat se ztrátou tepla do okolí a to i spotřeba tepla na endotermické pyrolýze reakci paliva. Jestli materiál bude hořet po zapálení, záleží na energetické bilanci.

Při hoření rozlišujeme 2 procesy:

- Proces, při kterém dochází k uvolnění energie
- Proces, při kterém dochází ke spotřebování energie

Když dochází k většímu uvolnění energie než ke spotřebě energie, materiál hoří. U materiálů nehořlavých nebo samo zhášejících dochází k menšímu uvolnění, než ke spotřebě energie.

Hoření je rozdílné od doutnání. Při hoření dochází k oxidaci nízkomolekulární, lehce zápalné pyrolýze produktu. Při doutnání se vznikající zuhelnatělý zůstatek zoxiduje na CO_2 . Oxidace uhlíku na CO_2 probíhá až při teplotě $200\text{ }^\circ\text{C}$. Doutnání je hoření bez pomoci plamene se světelnými a tepelnými efekty.[3]

2.1.3 Faktory ovlivňující hořlavost materiálu

- chemické složení materiálu
- fyzikální vlastnosti materiálu, jeho srážlivost a tavitelnost
- textilní geometrická struktura (jemnost příze, plošná hmotnost a dostava) [3]

2.1.4 Fáze hoření

1) Reakce do zapálení

Než se materiál vznítí, probíhají v něm endotermické reakce, které mají různé velikosti energie. Při odlišných teplotách nastávají jednotlivé druhy reakcí.

K rozpadu vazby v hlavním řetězci dochází při zvýšení teploty. Tím způsobuje poškození struktury vlákenných materiálů. Reakce se pohybují mezi teplotami tání a skelného přechodu. Při vyšší teplotě dochází k vyšší pyrolýze.

2) Zapálení

Je důležité rozeznávat zapálení pomocí zápalného zdroje a samovznícení.

Dochází k zapálení hořlavé a plynné zplodiny pyrolýzy při dosažení určité teploty.

Samovznícení je vznícení bez přístupu plamene z jiného zdroje. Jen díky vysoké teplotě materiálu.

3) Hoření

Je to reakce kyslíku a látky. Při tomto procesu vzniká tepelná a světelná energie.

Reakce je exotermní proces. Při zapálení vznikne plamen, který hoří, i když oddálíme zdroj. Pokud je tahle energie vzniklá spalováním plyných zplodin pyrolýzy silnější než potřebná energie k pyrolýze, pak dojde k hoření materiálu.[2]

2.1.5 Druhy nehořlavých povrchových úprav

Nehořlavé úpravy můžeme docílit použitím vláken se sníženou hořlavostí, kde řadíme například vlákna Kevlarová, Nomexová. Další způsob je pomocí speciálních zušlechťovacích povrchových úprav textilií.

- **Dočasná (vypratelná)** - nemá stálost v praní ve vodě a dochází k úplnému odstranění nehořlavé úpravy.
- **Polotrvalá** - při praní nedochází k úplnému odstranění nehořlavé úpravy, ale ke snížení jejího účinku a nevyhovuje normám pro trvalou nehořlavou úpravu.
- **Trvalá** - odpovídá normovaným stálostí a dělíme ji na fyzikální a chemickou.

2.1.6 Nechořlavé úpravy u celulózových vláken

- **Ignis** - dočasná nehořlavá úprava, která nesmí přijít do styku s vodou. Aplikuje se na fuláru vodným roztokem hydrogenfosforečnanem diamonným a močovinou. Suší se při teplotě 100°C. Má velmi dobré nehořlavé efekty.
- **Mofos** - polotrvalá nehořlavá úprava. Provádí se pomocí technologie napouštění, sušení a kondenzace při teplotách od 145 - 160°C. Nemá žádný dožeh a poskytuje výborné nehořlavé efekty.
- **KJ** - trvalá nehořlavá úprava, která má dobrý nehořlavý efekt a nízký dožeh. Aplikace napouštěním a zasušením.
- **Pyrofix** - trvalá nehořlavá úprava s nízkým dožehem. Aplikuje se klocováním a sušením. Neztrácí pevnost tkaniny.[4]

2.1.7 Retardace hoření

Retardéry hoření slouží na povrchovou úpravu textilních materiálů. Účinky retardéru hoření závisí na vlastnostech upravovaného materiálu a na termických vlastnostech retardéru

K retardaci hoření může dojít

- **Teorií vrstvy** - vznikem ochranného filmu na povrchu vlákna, který zabraňuje přístupu vzduchu
- **Teorií ochlazování** - dochází k ochlazování hořící textilie vodou, která se v textilií uvolňuje, odpařuje z retardéru hoření
- **Plynová teorie** - vznikají nehořlavé plyny a tím se snižuje přístup vzduchu a koncentrace hořlavých plynů
- **Teorie chemická** - předpoklad ovlivnění teploty a průběhu pyrolýzy[4]

2.1.8 Zkoušení hořlavosti textilií

Podle toho, kde se textilie používá, jsou dané různé podmínky pro zapálení a hoření. Při zkoušení hořlavosti textilií se používají různé druhy přístrojů a každý má jiný postup. Dělíme je do více skupin.

Máme 4 geometrické uspořádání vzorku:

- **Vodorovné** (Horizontální metoda) - vzorek je uložen ve vodorovné poloze, díky tomu je nejpomalejší šíření plamene. Vzorek textilie je upnutý do rámečku a zapálí se plamenem uloženým v horizontální poloze hořáku. Je dána určitá doba přístupu plamene a měří se doba hoření, dožeh a zuhelnatělná plocha textilie.
- **Svislé** (Vertikální metoda) - vzorek je upevněn ve vertikální poloze. Zapálí se plamenem po určitou dobu a měří se doba zhasnutí plamene a zuhelnatělná plocha textilie.
- **Šikmé** - vzorek je vystaven přímému působení plamene v šikmé poloze a zapaluje se pod úhlem 45° .
- **Obloukové** - vzorek je upnutý do půlobloukového držáku, který je na jednom konci zapálen plamenem z hořáku. Odečítá se úhel prohoření na dané stupnici a doba hoření.

Zapalujeme 2 způsoby:

- zapálení na hraně
- zapálení plošné

Limitní kyslíkové číslo

Poskytuje údaje o hořlavosti materiálů a účinnosti nehořlavých úprav a vyjadřuje nejnižší koncentraci kyslíku ve směsi s dusíkem (v %). Koncentrace kyslíku stačí na to, aby materiál při podmínkách zkoušky hořel.[4]

2.2 Antimon

Antimon má chemickou značku Sb. V periodické tabulce ho najdeme v 5a skupině mezi Arzenem a Bismutem. Může se vyskytovat ve čtyřech oxidačních stavech (0, -III, +III a +V). Jeho hmotnost je 121,76 g/mol, atomové číslo je 51.

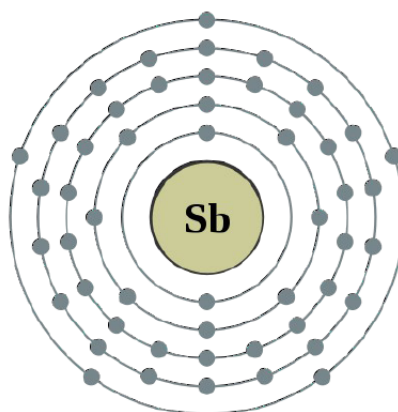
Je to chemický méně známý prvek, který má bílou lesklou barvu. Řadíme jej mezi křehké kovy, krystalizující v hrubých krystalech. Patří mezi vzácné prvky, získávané z rudy antimonitu. Nalezneme ho i v jiných rudách jako příměs nebo v olovu, mědi a stříbru. A může být i ve více než 100 minerálech. Nachází se i v zemské kůře v zastoupení 0,2 – 0,3 mg/kg. [5], [6]

Může být ve 2 formách:

- Kovová
- Šedý prášek

51: Antimon

2,8,18,18,5



Obr. 2.2: Elektronový obal atomu antimonu[7]

Antimon se vyskytuje v tuhém a plynném stavu. Je prudce reaktivní s halogeny, sírou, fosforem, arsenem a kovy. Prudce až explozivně se slučuje s chlorečnany a dusičnany alkalických kovů, kde vznikají alkalické soli kyseliny antimoničné. Je dobře rozpustný v kyselinách: lučavce královské, koncentrované kyselině sírové a dusičné.

S ředěnou kyselinou sírovou antimon nereaguje a stejně tak ani s kyselinou chlorovodíkovou. Antimon je rovněž obsažen v nejsilnější známé kyselině hexafluoroantimoničné (HSbF_6). Sloučeniny antimonu jsou bezbarvé, jedinou výjimku tvoří oranžový sulfid antimonitý. [6]

2.2.1 Vlastnosti a použití

První zmínky o antimonu byly už i ve starověku. Byl používán k čištění zlata. Nejprve ho vědecky studoval francouzský chemik Nicolas Lemery. Své studie a poznatky o antimonu zveřejnil v roce 1707.

Jedny z největších těžišť antimonu se nachází v Číně, Rusku, Bolívii, Jižní Africe, Mexiku. Roční průměrná světová produkce je asi 140 000 tun. V Česku se už žádné těžiště nenachází. Pouze mezi světovými válkami bylo známo pár nalezišť např. v okolí Mariánských lázní, Příbrami a Sedlčan.

Antimon se používá k výrobě polovodičových součástek jako infračervené detektory a diody. Slitiny se používají k výrobě akumulátorů. Dále jako munice a ochranné kryty kabelů. Antimon je obsažen i v některých ručních zbraních, svítících střelách. Oxid antimonitý (Sb_2O_3) a antimoničnan sodný (Na_2SbO_4) se používají jako zpomalovače hoření u některých druhů plastu.

Sloučeniny antimonu mají mnoho využití například ve farmacii, také jako pigmenty a v automobilovém průmyslu. Antimonová čern je používána jako katalyzátor vulkanizace červené gumy.

Dříve se antimon využíval k léčbě všech tropických nemocí. V dnešní době už jej nahrazují jiné látky. Stále se však užívá k léčbě těch tropických nemocí, které způsobují prvoci, jako jsou schistosomiáza, askariáza, trypanozomoza a bilharziáza. V medicíně se používá pro léčbu parazitární infekce. K léčbě syfilisu se kdysi používaly i sloučeniny antimonu. [8]

2.2.2 Toxicita

Antimon nepatří k velmi toxickým látkám, ale i tak může poškodit zdraví člověka. Lidé, kteří pracují s antimonem, mohou vdechovat jeho částičky prachu. Při styku, se může dostat do buněk, do orgánů a způsobit jejich poškození, nebo podráždění.

Antimon může člověku poškodit srdce, plíce, játra a ledviny. Do těla člověka se dostane při dýchání vzduchu, z pitné vody, nebo potravinami, které antimon obsahují. Nebo kůží z kontaminované půdy.

Intoxikace byla u člověka vypořizována po inhalaci prachových částiček, kontaminací dešťové vody nebo nadměrného užívání léků s obsahem antimonu. U zvířat jsou toxické účinky způsobené přijímáním potravy.

Když se člověk dostane do kontaktu s velkým množstvím solí antimonu, může mu to vyvolat podráždění očí, sliznic a kůže. Zdravotní problémy u člověka se často projevují jako průjem, silné zvracení, žaludeční vředy, srdeční potíže a onemocnění plic.

Není dokázané, že by mohl antimon vyvolat rakovinu nebo reprodukční selhání. Sloučeniny antimonu patří mezi špatně absorbovatelné, v těle se nehromadí a jsou velmi dobře vylučovány.[8]

2.3 Bavlna

Domovem bavlníku je podle výzkumů Indie. Bavlník se rozšířil do všech světadílů až později.

Bavlna se používala od pradávna k výrobě oděvů a k oblékání národů východní Indie. Až ve středověku se začala používat bavlna také v Evropě. Tropická rostlina se pěstovala už před 3000 tis. před n.l. v oblasti řeky Indus v Indii a v Jižní Americe v Peru. Stáří bavlny je odhadováno na 4000 - 5000 let. Do Španělska se dostala až v 10 století, kde ji pěstovali Arabové. Dále pak se objevila ve 14. stol. v Itálii a v 15. stol. na Balkáně. Postupem času se bavlna stala nejdůležitější surovinou na světě.[9],[10]

Bavlník (*Gossypium*) se pěstuje jako jednoletá až dvouletá rostlina, poslední dobou spíš už jednoletá. Dělí se na druhy keřovité a stromovité. Patří do čeledi slézovitých. Dosahuje výšky 0,7m jako bylina a 1 - 2m jako keř.

Bavlna je jednobuněčné vlákno obrůstající semeno bavlníku. Plodem bavlníku je semeno neboli tobolka, která po dozrání puká a uvolňuje chomáčky bavlny. Tobolka obsahuje 6 - 30 semen a má velikost jako vlašský ořech. Chomáčky bavlny se sklízí ručně nebo strojově. Po sklizni dochází k oddělování vláken od semen. Pak se třídí podle délky vláken. Barva vláken je bílá, někdy nažloutlá, hnědá.[11],[12]

Druhy bavlníku

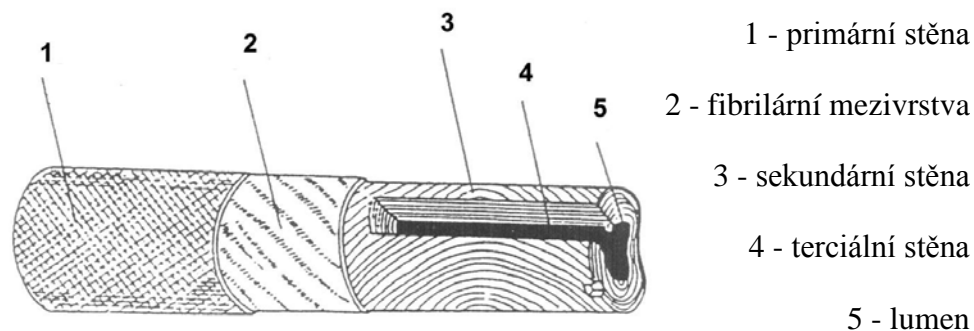
- Keřovitý
- Srstnatý
- Bylinný
- Peruánský
- Stromový
- Ostatní druhy



Obr. 2.3: Bavlna[13]

2.3.1 Struktura bavlny

Vlákno bavlny je jednobuněčné a vypadá jako zploštělá stužka, která je zakroucená. Má pod mikroskopem průřez ledvinovitého tvaru a je tvořeno několika vrstvami. Vlákno má tloušťku 12 - 45 μm a délka 10 - 60 mm. Vlákno bavlny je složeno z primární stěny, sekundární a terciální stěny a lumenu. [14]



Obr. 2.4: Průřez bavlněného vlákna [14]

Chemické složení bavlny

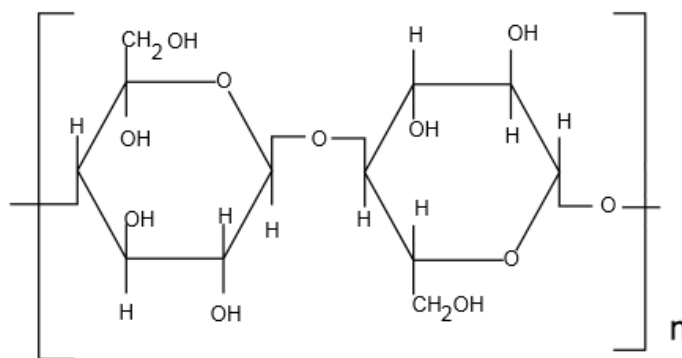
- celulóza 94%
- proteiny 1,3%
- pektiny 1,2%
- popel 1,2%
- vosky 0,6%
- cukry 0,3%
- pigmenty stopy
- ostatní 1,4% [12],[14]

2.3.2 Vlastnosti bavlny

Bavlna má dobrou pevnost, tažnost a dobře saje vlhkost. Odolnost proti vysokým teplotám, vlákno žloutne až při teplotě nad 120°C. Vlivem slunečního záření ztrácí pevnost a žloutne. Působením louhu sodného bavlna bobtná, dochází ke změně lumenu, z ledvinovitého tvaru na kruhový. Při zapálení hoří rychle jasným plamenem a má zápach po papíru.[9]

2.3.3 Celulóza

Celulóza patří mezi nejrozšířenější organickou látku na Zemi. Je to stavební jednotka pro dřeviny a rostliny, vytváří v nich buněčnou stěnu. Bavlněná vlákna, která se vyrábějí, obsahují až 99% celulózy a jiné dřeviny obsahují 45 - 52% celulózy. Celulóza je polysacharid a jeho základní stavební jednotkou je β -glukopyranóza spojená glykosidickými vazbami. Celulóze náleží sumární vzorec $(C_6H_{10}O_5)_n$. [14],[15]



Obr. 2.5: Základní strukturní jednotka celulózy - celobióza [14]

2.4 Len

Len (ln) se pěstuje jako jednoletá rostlina, řadí se do čeledi Inovitých. Květy mohou být bílé až modré barvy. Dorůstá výšky 90 až 130 cm. Z rostliny se využívá hlavně vlákno a ze semen se vyrábí olej. Podle doby sklizně lnu je závislá i kvalita vlákna. Při brzké sklizni je vlákno jemné a málo pevné. Je-li sklizeň pozdní, vlákno je hrubé, drsné a obtížně spřadatelné.

Počátky pěstování lnu sahají až do mladší doby kamenné. Ve Starověkém Egyptě používali plátno ze lnu k zabalování mumií. Výrobu plátna můžeme vidět na freskách v hrobkách. V Česku se pěstoval v podhorských a horských oblastech (Českomoravská vrchovina, Podkrkonoší, Jeseníky).

Vlákna lnu mají barvu krémově bílou, tedy podle způsobu a kvality smáčení, u nesprávného má barvu rezavou až nazelenalou. Hlavním znakem lnu jsou zesílená místa, která se nazývají kolénka. Při zapálení vlákna lnu hoří jasným plamenem a zapáchají po spáleném papíru. Vlákno je složeno z vnější spojovací blány (povlaku), primární stěny, sekundární a terciální stěny a lumenu.

2.4.1 Vlastnosti

Vlákno lnu je pevné, ale málo tažné. Má světle žlutou barvu, když je zralé, hladké a lesklé. V reakcích s oxidačními a redukčními činidly se chová jako celulózové vlákno, stejně tak s kyselinami a zásadami. Vlákna jsou odolná fyzikálním vlivům a dobře přijímá vlhkost. [9],[15]

Chemické složení vláken

- 70 - 80% celulosy
- 0,8 - 5,5% ligninu
- 2 - 4% tuků, vosků
- 1 - 5% popelovin
- 2 - 10% pektinů



Obr. 2.6: *Len setý*[16]

Dělení lnu

- užitkový - přádný, olejopřádný, olejný
- setý (*Linum catharticum*, *Linum sativum*)[9]

2.5 Viskózová vlákna

Viskózová vlákna patří mezi nejrozšířenější chemická vlákna. Ve světové výrobě chemických vláken patří viskóza k více než 50%.

2.5.1 Výroba

Výroba viskózových vláken je z celulózy přes alkalicelulózu, která se převede na xantogenát celulózy. Další surovinou pro výrobu viskózových vláken je smrkové nebo dubové dřevo, které obsahuje 88% celulózy.[9],[15]

Základní operace výroby:

- máčení celulózy v NaOH
- odlisování přebytečného NaOH
- rozvláknění celulózy
- stárnutí alkalicelulózy
- sulfitace, rozpuštění xantogenátu celulózy
- zrání viskózy
- zvlákňování [9],[15]

2.5.2 Vlastnosti

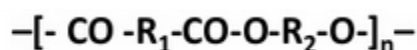
Viskózová vlákna jsou:

- nekonečná (hedvábí)
- stříž - lesklá, polomatovaná, matovaná

Mají dobrou pevnost a tažnost, průřez vlákna je kruhový, hvězdicovitý. Záleží na zvolení tvaru trysky a složení zvlákňovací lázně. Vlákna mají nežádoucí vlastnosti, ale proti syntetickým materiálům mají také řadu výhod. Jako je dobrá sorpce vlhkosti, která způsobuje dobrou barvitelnost a také fyziologické vlastnosti. Mezi další výhody patří snadná zpracovatelnost a nízká cena. [9]

2.6 Polyesterová vlákna

Patří mezi syntetická vlákna z polymerů vznikajících esterifikací. Vznikají z aromatických dikarbonových kyselin s glykoly. Vlákna, která jsou složená z esterů, obsahují dvojmocný alkohol a kyselinu tereftalovou. Polyesterová vlákna řadíme mezi univerzální typ chemických vláken. Mezi hlavního představitele můžeme řadit polyetylenglykoltereftalat (PET), jako produkt kyseliny tereftalové a etylenglykolu. [9]



Obr. 2.7: Obecný vzorec polyesteru[17]

2.6.1 Výroba polyesteru

U polyesterových vláken probíhá výroba pomocí

- zvlákňování z taveniny
- dloužení
- fixace

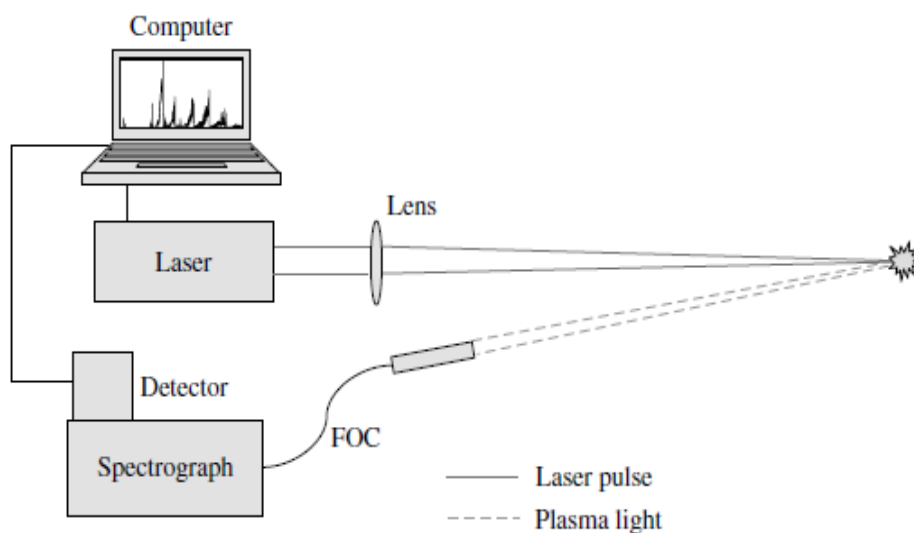
2.6.2 Vlastnosti polyesteru

- teplotní odolnost - teplota tání je 258 C°
- mechanické vlastnosti - vysoký modul pružnosti: 1300 cN/tex
 - pevnost: 3.8 - 7.2 cN/dtex
 - tažnost: 50 - 70%
- otěruvzdornost
- barvitelnost
- UV stabilita
- malá navlhavost [15]

2.7 Spektroskopie Laserem Buzeného Plazmatu (LIBS)

Analýza pod zkratkou LIBS je spektroskopie laserem buzeného plazmatu. Je to úplná multi-elementární analytická technika.

Patří mezi atomovou emisní spektroskopií, využívající laserový paprsek, který je přes čočku zaměřen na povrch vzorku, kde vzniká mikroplazma. V získaném spektru můžeme určit nacházející se chemické prvky a jejich množství. Jedná se o metodu, kdy získáváme kvantitativní a kvalitativní hodnoty materiálu ve vzorku. [18],[19]

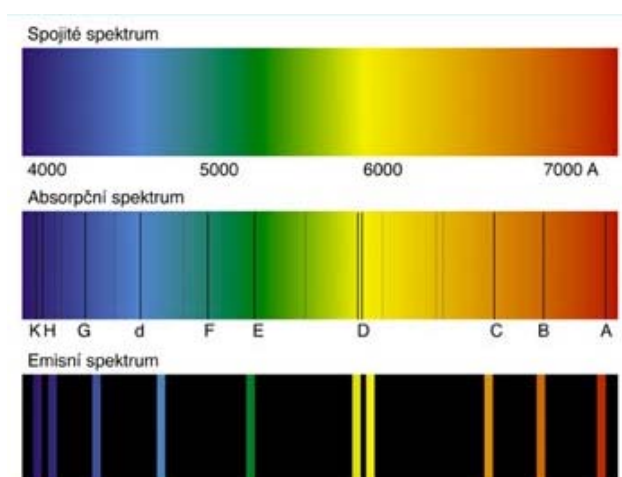


Obr. 2.8: Základní schéma zařízení metody LIBS[18]

2.7.1 Metoda LIBS

Metoda LIBS slouží k spektrometrické analýze pevných, plynných nebo kapalných látek. Tahle metoda je založena na působení velmi krátkého vysoko energetického laserového pulsu na malou plochu vzorku. Interval laserového pulsu se udává v jednotkách $[ns]$. Přičemž dochází k excitaci elektronů v elektronových orbitalech atomů. V místě působení laseru se utváří deformace, zapříčiněná odpařením části materiálu. Odpařený materiál se ionizuje a následně se vytváří plazma. Tato deformace se projevuje vznikem malého kráteru. Při působení laserových pulsů a tím zahřátí materiálu, dojde ke vzniku emisního záření. Využitelné záření vzniká až během ochlazování. Vyzařují se potřebné energie iontů a elektronů.[18]

Detekovat prvky můžeme podle jejich spektrálních čar, které jsou pro daný prvek ojedinělé. Dané spektrální čáry vyhodnocujeme spektrometrem, v jehož spektrech můžeme pozorovat emisní křivky jednotlivých prvků. Podle intenzity těchto křivek lze určit jejich množství ve vzorku.[20]



Obr. 2.9: Spojité, absorpční a emisní spektrum [21]

2.7.2 Vlastnosti a použití

Analytická metoda má hodně široké uplatnění ve vědeckých výzkumech, ale i v průmyslových odvětvích a v nejrůznějších oborech. Mezi hlavní vlastnosti je schopnost měřit na jakémkoliv místě, jak v místnosti, tak v terénu.

Má řadu výhod:

- Menší časová náročnost při přípravě vzorků
- Lehká manipulace se vzorky
- Zjištění prvků v pevných, kapalných a plynných látkách
- Je vhodné pro méně přístupná nebo nebezpečná prostředí
- Je možno určit více prvků najednou
- Analýza velmi tvrdého materiálu, který nelze rozpustit v používaných rozpouštědlech
- Menší poškození testovaného vzorku, dochází k odebrání pouze malého množství vzorku z povrchu materiálu
- Lze stejný vzorek testovat opakovaně
- Silný laserový pulz může poranit oči, proto bezpečnostní opatření [22],[23]

Oblasti použití analýzy LIBS:

- a) Slitin kovů - mosazi, oceli, niklu, mědi, zirkonu
- zlaté šperky, slitiny Au, Cu, Pd
- b) Životní prostředí - průmysl potravinářský
- zemědělství
- toxikologie vody
- analýza vody, půdy, ropy
- určení dusíku a uhlíku v půdě
- c) Lékařství [24],[25]

2.7.3 Laser

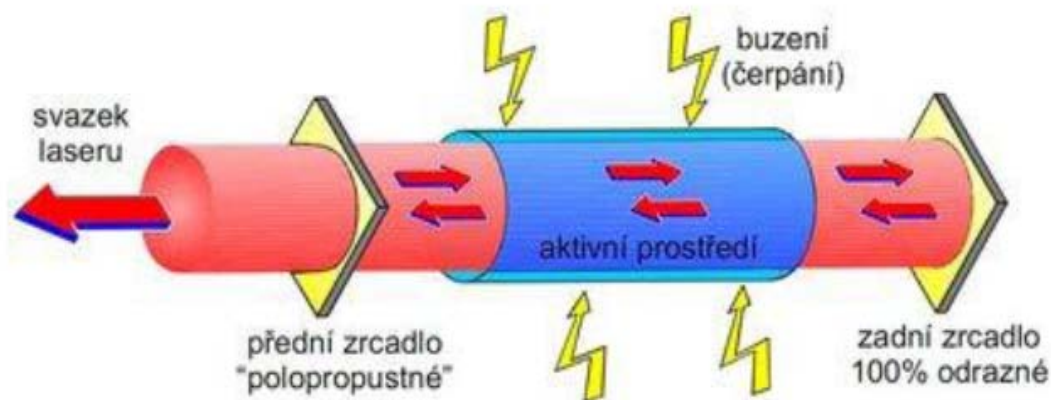
Laser je zkratkou anglického slova Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation (zesílení světla pomocí stimulované emise záření). Jednou z podstatných vlastností laserového paprsku je jeho koherentnost, což je vlastnost, při které se šíří světlo o stejné vlnové délce čili barvě a zároveň má nízkou rozbíhavost (divergenci) paprsku. Každý laser se skládá ze tří základních částí, kterými jsou laserové aktivní prostředí, zdroj energie a rezonátor. Základní a nejdůležitější proces se nazývá stimulovaná emise.

Energetickými zdroji mohou být zdroje:

- Optické
- Chemické
- Elektrické

Jimi je dodávána energie do aktivního prostředí. Tato energie dokáže vybudit elektrony s určité energetické hladiny do vyšší energetické hladiny. Tento proces se nazývá excitace.

Tento stav je obvykle nestabilní, díky čemuž dochází k návratu elektronů zpět na nižší hladinu, za současného vyzáření energie ve formě fotonu. Energie posléze reaguje s okolními elektrony, čímž vzniká stimulovaná emise fotonů. Důsledkem toho, že aktivní část laseru je umístěna v rezonátoru, kterými jsou dvě zrcadla (polopropustné, nepropustné), dochází po odrazu ze zrcadel k několikanásobnému průchodu fotonů skrze aktivní prostředí. Poté dochází k zesílení výsledného laseru díky stimulované emisi.[20]



Obr. 2.10: Základní schéma laseru[22]

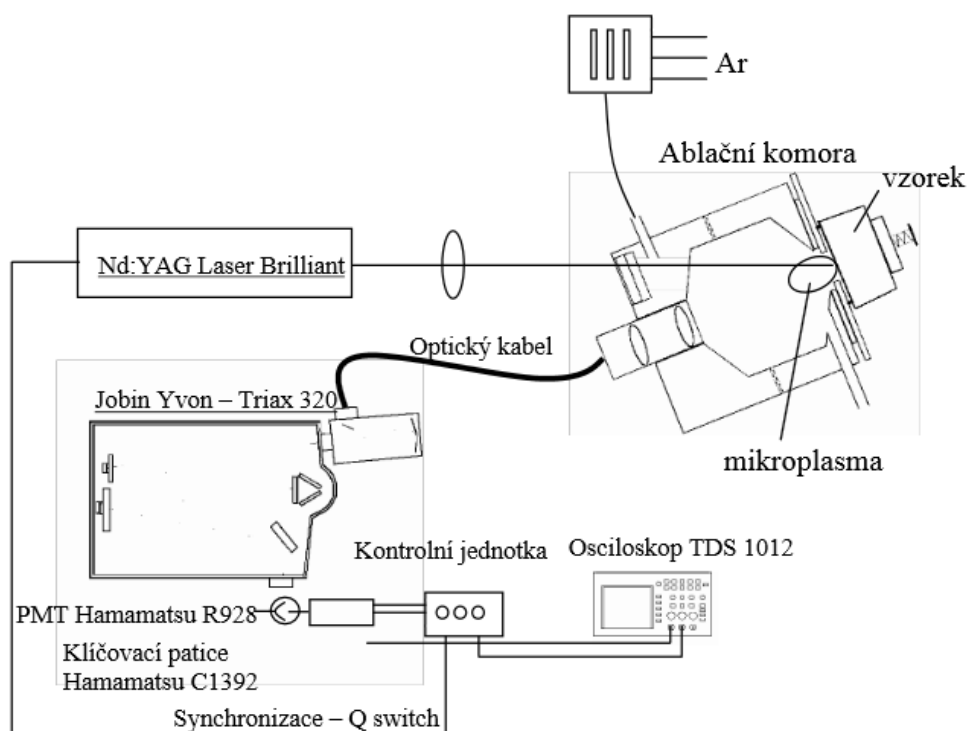
2.7.4 Laserový elementární analyzátor LEA S500.

Laserový elementární analyzátor LEA S500 se používá pro metodu LIBS.

Základní části:

- Laser
- Optický systém
- Spektrograf - systém, který sbírá a přenáší prostorový rozptyl světla
- CCD (Charge-Coupled Device) - detekční systém
- Hardware - software slouží ke zpracování a ukládání získaných spekter, analýzy výsledků

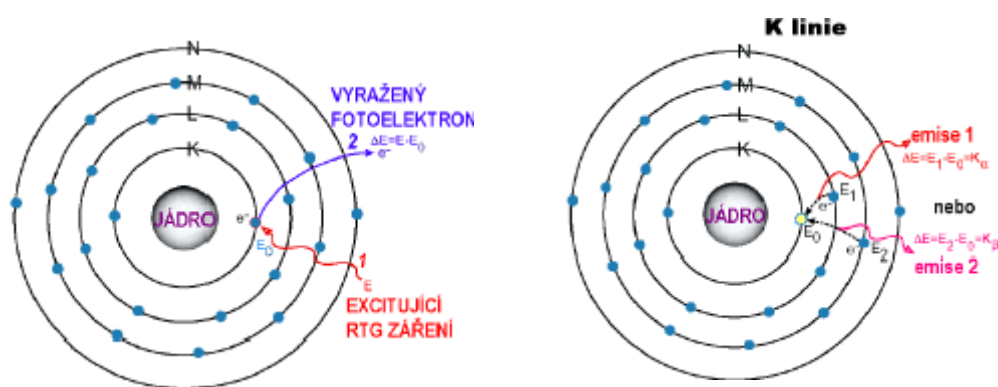
Zdrojem laserového záření v analyzátoru je pevno-látkový laser Nd:YAG, který vytváří optické záření o vlnové délce 1064 nm s pulzní energií 150 mJ a délkou pulzu 10ns. Záření je snímáno objektivem a vedené optickým kabelem na vstupní otvor monochromátoru TRIAX 320. Detekce je prováděná synchronizací pulzů laseru. [26],[27],[28]



Obr. 2.11: Schéma uspořádání LIBS [29]

2.8 Rentgenofluorescenční spektrometrie (XRF)

Je to metoda určující kvalitativní i kvantitativní složení látky pomocí interakcí rentgenového záření se subvalečními elektrony. Rentgenové záření excituje elektrony látky na vyšší elektronové hladiny. Následně elektrony zářivým přechodem přejdou zpět na nižší hladiny, přičemž vyzáří určité množství energie dané rozdílem hladin. Tato vyzářená energie ve formě fotonu je zachycena detektorem. Vzhledem k tomu, že každý atom prvku má charakteristické energiové rozložení atomových hladin, tak i emitované záření, je charakteristické pro jednotlivé prvky. Tímto zjistíme kvalitativní složení a kvantitativní se určí různou intenzitou záření.[30]



Obr. 2.11: Interakce částic a fotonů o vysoké energii s atomem - proces primární a sekundární excitace [30]

2.8.1 Spektrometr ElvaX II

Spektrometr ElvaX II nachází uplatnění v aplikačních oblastech XRF spektrometrie a je určen pro analýzu prvků v rozsahu od Na po U. Spektrometr může analyzovat typy vzorků jako kovové slitiny, prášky, kaly, organické kapaliny, pasty, filtry. Tenhle přístroj se často využívá v kriminalistických laboratořích a pro analýzu životního prostředí.

Složení Spektrometru ElvaX II:

- Rentgentka
- Detektor SIPIN
- Procesor pulzů
- Software [31]

3 Experimentální část

Experimentální část je rozdělena na několik částí:

- Příprava vzorků
- Měření kalibračních vzorků tkaniny metodou LIBS
- Měření vzorků tkaniny metodou XRF
- Testování nehořlavé úpravy spalovací zkouškou
- Mapování vzorků tkaniny metodou LIBS

3.1 Použité textilie v experimentu

K experimentu byly vybrány dva druhy materiálu. Byla vybrána bavlněná tkanina a směšová tkanina.

Tkaniny se od sebe lišily vzhledem, barvou, složením a vazbou.

Tab. 3.1: Popis tkanin pro experiment

Vzorek	Plošná hmotnost [g/m ²]	Barva	Vazba	Chemické složení	[%]	Dostava osnovy [cm ⁻¹]	Dostava útku [cm ⁻¹]
bavlněná tkanina	159	bílá	plátnová	bavlna	100	29	26
směšová tkanina	478	hnědá	žakárský krep s barevným házením 1:1	len viskóza polyester	29 12 59	22	18



a)

b)

Obr. 3.1: a) bavlněná tkanina, b) směšová tkanina

3.2 Použité chemikálie

Myflam 8135

Myflam vyrábí a dodává firma Lubrizol. Myflam je hoření zpomalující produkt, obsahující oxid antimonitý, decabromodiphenal oxid a jejich směsi. Ve formě disperze se používá jako zpomalovač hoření, formulované sloučeniny, filmy a povlaky. Ty se používají v průmyslu a ve zpracování textilií, jako klíčecí směsi, směsi jako povrchové povlaky, podkladovou vrstvu a sloučeniny pro zlepšení fyzikálních vlastností textilií.

Altaran S 8 (Spolion)

Altaran S 8 je také známý pod názvem Spolion. Je to vodný roztok sodné soli esteru kyseliny sulfojantarové. Je to žlutá až žlutohnědá kapalina anionaktivního charakteru. Patří mezi rychle smáčecí přípravky a smáčí všechny druhy materiálu. Dodavatelem je firma Lachner.

Chlorid antimonitý SbCl_3

Chlorid antimonitý je bezbarvý a krystalický. V experimentu byl použitý jako roztok na kalibrační vzorky. Dodavatelem je firma Lachner. Chlorid antimonitý je toxický pro vodní organismy a u člověka způsobuje popálení kůže a poškození očí.

Isopropanol $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$

Isopropanol je čirá bezbarvá vysoce hořlavá kapalina. Byl použitý jako rozpouštědlo chloridu antimonitého. Dodavatelem je firma Lachner.

3.3 Pomůcky a zařízení

Pokusy a příprava vzorků byly prováděny v laboratořích v budově B fakulty textilní.

- **Fulár Mathis** - s rychlostí 1m/min a tlak 4 bar



Obr. 3.2: Fulár

- **Teplovzdušný sterilizátor HS 62 A (sušárna)**
- **Analytické váhy Adventurer Pro**
- **Kovová sítko** - byla určena k sušení vzorků.
- **Laboratorní sklo a vybavení**

3.4 Použité přístroje

Přístroj LEA S500

K měření byl použit laserový elementární analyzátor LEA S500 pro metodu LIBS. Touto metodou jsme zjistili množství antimonu ve vzorku. Přístroj pracuje se softwarem ATILLA 2 za stanovených podmínek, které jsou zobrazeny na obrázku Obr. 3.4. V hardwarovém systému se dají nastavit parametry detektoru, spektrometru, laseru.



Obr. 3.3: Laserový elementární analyzátor LEA S500

ATILLA2 - running in ADVANCED mode			
Databases Tools Analyze			
Scan in region			
Programs Hardware Spectra Calibration Samples Event log Video Analysis			
Region parameters		Current device state	
Global parameters			
Detector		Spectrometer	
Name	Value	Name	Value
Scan array	0	Wavelength, nm	240
As active graph	YES	Slit width, mkm	40
Accumul. type	Aver	Turning slit	3.2
Accumul. count	6	Turn. slit mode	Auto
Counter limit	1	Filter	1: 0...380
Make blank flashes	NO	Use WL correction?	YES
Blank flashes count	1	Auto WL correction	YES
Backgr. subtr.	YES	Telescope, mkm	200
Store series, mkm	YES	Light	254
Update view each scan?	YES		
Vacuum		Laser	
Name	Value	Name	Value
Leak	65000	Lamp energy, J	28
Auto Vacuum	NO	Q-SW1 delay, mks	140
Auto clean	NO	Q-SW2 delay, mks	147
Pump time, msec	6000	Single channel	2-impulse

Obr. 3.4: Nastavení podmínek Hardware

Přístroj ElvaX II

Rentgenová fluorescenční spektroskopie byla provedena pomocí přístroje RTG fluorescenčního spektrometru ElvaX II.



Obr. 3.5: Fluorescenčního spektrometru ElvaX II

Přístroj Atlas HMV Horizontal flame chamber

K testování nehořlavé úpravy byl použitý přístroj Atlas HMV Horizontal flame chamber. K upevnění vzorku jsou použity dva kovové rámy umístěné horizontální poloze, mezi které se vkládá vzorek tkaniny hranou k okraji rámu. Vzdálenost plamene hořáku od materiálu byla 1,9 cm a výška plamene byla 4cm, podle normy ISO 3795.



Obr. 3.6: Přístroj Atlas HMV Horizontal flame chamber

3.5 Experimenty

3.5.1 Příprava vzorků

Pro experiment byl použit prostředek s názvem Myflam, který byl rozředěn destilovanou vodou na koncentrace a přidán 1g/l Spolionu S8. Bylo připraveno 5 druhů roztoků o různých koncentracích Myflamu a každý o objemu 10ml. Koncentrace roztoku byla 10g/l, 20g/l, 50g/l, 100g/l, 200g/l, 400 g/l a 500 g/l.

Tab. 3.1: Nanášení Myflamu na bavlněnou textilii s plošnou hmotností 159 g/m²

Nanášení prostředku Myflamu		Koncentrace Myflamu na textili	
Koncentrace	Mokrý přivažek		
[g/l]	[%]	[mg/g]	[mg/m ²]
10	90	9	1,4
20	90	18	2,9
50	90	45	7,2
100	90	90	14,3
200	90	180	28,6
400	90	360	57,2
500	90	450	71,6

Tab. 3.2: Nanášení Myflamu na směšovou textilii s plošnou hmotností 478 g/m²

Nanášení prostředku Myflam		Koncentrace Myflamu na textili	
Koncentrace	Mokrý přivažek		
[g/l]	[%]	[mg/g]	[mg/m ²]
10	90	9	4,3
20	90	18	8,6
50	90	45	21,5
100	90	90	43,0
200	90	180	86,0
400	90	360	172,1
500	90	450	215,1

Roztoky byly nanесeny na oba druhy tkaniny klocovacím způsobem na fuláru. Byly sušeny do konstantní hmotnosti při teplotě 105°C a fixovány 3 min při 150°C v sušárně a na kovové síťce.



Obr. 3.7: Sušení vzorků na kovové síťce

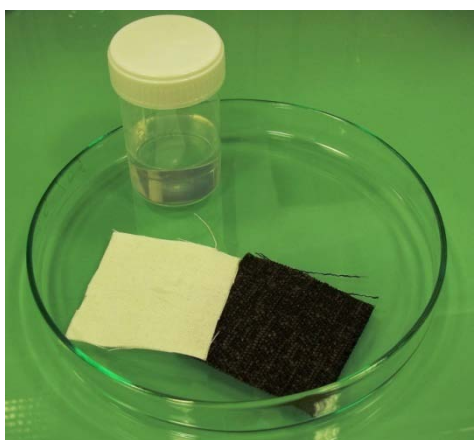
Klocovací způsob je smočení textilie v daném roztoku. Textilie projde přes fulár, kde dochází díky válcům k odmačku přebytečného roztoku. Následuje sušení a fixace při dané teplotě v sušárně. Vzorky byly před smočením a po smočení v roztoku zváženy a byl vypočítán mokrý přivažek 90%.

$$\text{mokrý přivažek} = \left(\frac{\text{hmotnost mokrého vzorku [g]} - \text{hmotnost suchého vzorku [g]}}{\text{hmotnost suchého vzorku [g]}} \right) \cdot 100 [\%]$$

3.5.2 Příprava kalibračních vzorků

Na kalibrační vzorky byl použit chlorid antimonitý, který byl rozpuštěn v isopropanolu. Připraveno bylo 8 různých koncentrací. Roztoky byly nanесeny na oba druhy textilie klocovacím způsobem na fuláru. Byly sušeny do konstantní hmotnosti při teplotě 105°C a rovněž fixovány 3 min při 150°C v sušárně a na kovové síťce. Vzorky byly před smočením a po smočení v roztoku zváženy a byl vypočítáný mokrý přívažek 90%.

Koncentrace roztoku byla 0,1g/l, 0,2g/l, 0,5g/l, 1g/l, 2g/l, 5g/l, 10g/l, 20g/l



Obr. 3.8: Petriho miska se vzorky materiálu a roztokem chloridu antimonitého

Tab. 3.3 : Nanášení SbCl_3 z izopropanolu na bavlněnou textilií s plošnou hmotností 159 g/m².

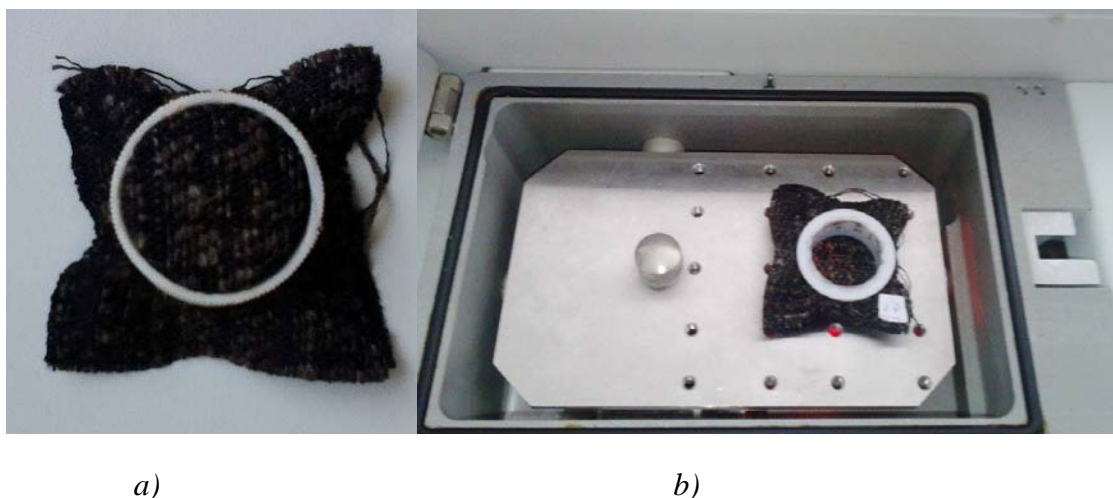
Nanášení prostředku SbCl_3		Koncentrace SbCl_3 na textilií		Koncentrace Sb na textilií	
Koncentrace	Mokrý přívažek				
[g/l]	[%]	[mg/g]	[mg/m ²]	[mg/g]	[mg/m ²]
0,1	90	0,115	0,018	0,061	0,010
0,2	90	0,229	0,036	0,122	0,019
0,5	90	0,573	0,091	0,305	0,049
1	90	1,145	0,182	0,61	0,097
2	90	2,29	0,364	1,221	0,194
5	90	5,725	0,910	3,052	0,485
10	90	11,45	1,821	6,103	0,970
20	90	22,901	3,641	12,206	1,941

Tab. 3.4: Nanášení SbCl_3 z izopropanolu na směšovou textilií s plošnou hmotností 478 g/m².

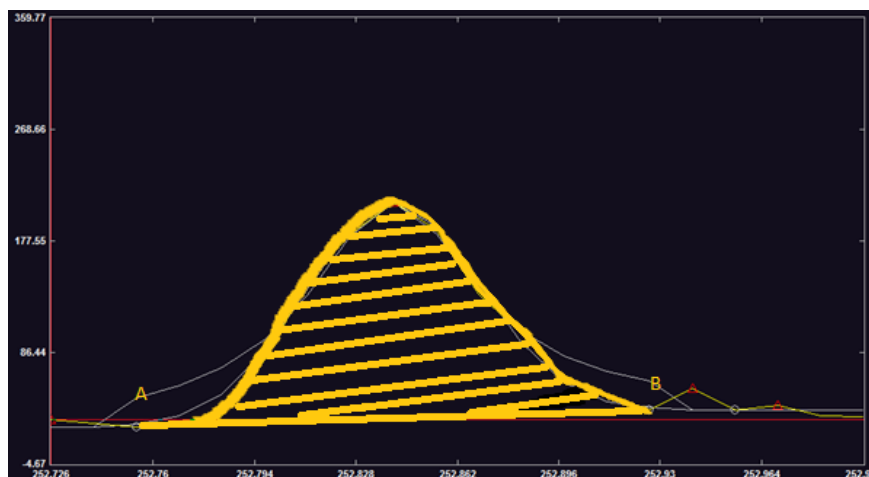
Nanášení prostředku SbCl_3		Koncentrace SbCl_3 na textilií		Koncentrace Sb na textilií	
Koncentrace	Mokrý přivažek				
[g/l]	[%]	[mg/g]	[mg/m ²]	[mg/g]	[mg/m ²]
0,1	90	0,115	0,055	0,061	0,029
0,2	90	0,229	0,110	0,122	0,058
0,5	90	0,573	0,274	0,305	0,146
1	90	1,145	0,547	0,61	0,292
2	90	2,29	1,095	1,221	0,584
5	90	5,725	2,737	3,052	1,459
10	90	11,45	5,473	6,103	2,917
20	90	22,901	10,947	12,206	5,835

3.5.3 Měření kalibračních vzorků tkaniny metodou LIBS

Kalibrační vzorky byly proměřeny pomocí laserového elementárního analyzátoru LEA S500. Vzorek materiálu byl upnutý do umělohmotného prstencového rámu (viz.Obr.3.9), aby byl napnutý, následně byl vložen do přístroje a proměřen na více místech. Výsledkem byla spektra obsahující píky odpovídající jednotlivým prvkům. Ukázka výpočtu plochy píku je na Obr.3.10. Pík měl určitou plochu, která byla spočítána integrálem v programu ATILLA 2. Od plochy píku byla odečtena Base line. Plocha píku byla označena jako „hodnota LIBS“. Výsledky integrálů byly zpracovány do grafů v programu Microsoft Excel.



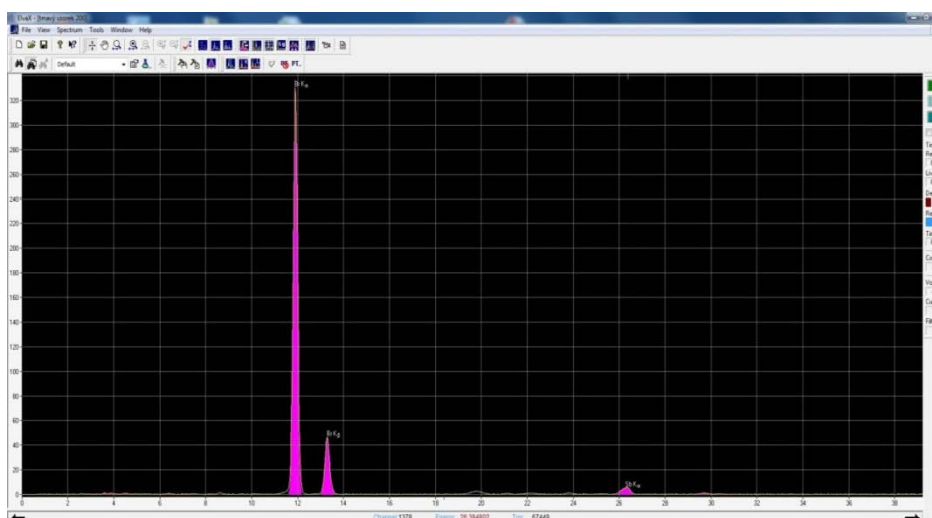
Obr. 3.9: Tkanina upnutá do umělohmotného prstence (a), vložena do přístroje (b)



Obr. 3.10: Plocha píku antimonu (z bodu A po bod B) ze směsové textilie o koncentraci 0,115 mg/g SbCl_3

3.5.4 Měření vzorků tkaniny metodou XRF

Každý vzorek byl vložen do přístroje ElvaX II a proměřen na 3 různých místech za podmínek proudu $12,7\mu\text{A}$. Na obrazovce monitoru se zobrazil graf složený z píků (spektrograf - viz Obr.3.11), které měly určitou hodnotu. Dané hodnoty byly zpracovány do grafu v programu Microsoft Excel.



Obr. 3.11: Spektrograf z měření XRF antimonu na bavlněné tkaniny o koncentraci Myflamu 180 mg/g

3.5.5 Testování nehořlavé úpravy spalovací zkouškou

Vybrané tkaniny byly postupně po jedné tkanině vloženy do přístroje Atlas HMTV Horizontal flame chamber na spodní kovový rám k jeho okraji. Na tkaninu se položil druhý kovový rám, aby zabránil pohybu tkaniny. Ke tkanině byl přiložen plamen na dobu 15s a pak oddálen. Měřila se doba hoření tkaniny až do jeho uhasnutí. Výsledná data byla zpracována v programu Microsoft Excel podle vzorce pro výpočet rychlosti hoření z normy ISO 3795.

$$B = \frac{s}{t} \times 60$$

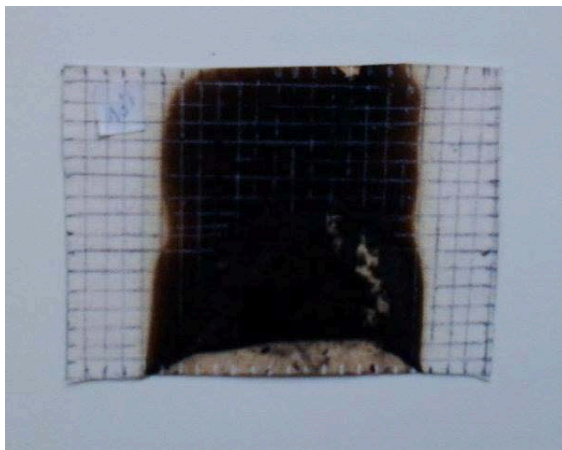
Kde B je rychlost hoření v milimetrech za minutu, s je shořelá vzdálenost v milimetrech a t je čas potřebný pro hoření vzdálenosti v sekundách.



Obr. 3.12: Vložení vzorku do přístroje Atlas HMTV Horizontal flame chamber

3.5.6 Příprava vzorků tkaniny na mapování metodou LISB

Vzorky z bavlněné a směsové tkaniny o koncentraci Myflamu 360mg/g a 450gm/g po spalovací zkoušce, byly zmenšeny na velikost 7x5cm. Dále byly podlepeny oboustranně lepicí páskou na rubní straně tkaniny. Na lící straně tkaniny byly rozděleny pomocí pravítka a černé nebo bílé tužky na malé čtverečky o velikosti 3x3mm - viz Obr. 3.13. Vznikla tak mřížka, která měla 391 čtverečků. Tkanina byla rozstříhána podélně a vznikly tak proužky tkaniny. Každý proužek byl označen a to z důvodu lepší orientace při zpracování výsledků. Proužky byly dlouhé 7cm a měly 22 čtverečků. Proužek byl přilepen na kovový držák.



Obr. 3.13: Rozdělení bavlněné tkaniny na čtverečky 3x3mm

3.5.7 Mapování vzorků tkaniny metodou LIBS

Měření probíhalo pomocí laserového elementárního analyzátoru LEA S500. Pracuje se v softwaru ATILLA 2.

Kovový držák, na kterém byl přilepen proužek tkaniny určitého označení, byl dán dovnitř přístroje a postupně proměřen čtvereček po čtverečku. Měření probíhalo pomocí posunu materiálu o čtvereček. Na obrazovce monitoru se zobrazil spektrogram, který byl uložen podle názvu řádku a čísla čtverečku. Ve spektrografu je osa x a y. Na ose x se zobrazuje vlnová délka emisního záření. Na ose y se zobrazuje intenzita antimonu.



Obr. 3.14: Kovový držák s přilepeným vzorkem tkaniny

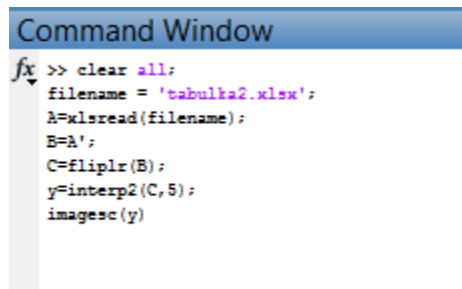
3.5.8 Zpracování dat z mapování vzorků tkaniny metodou LIBS

Pomocí softwaru ATILLA 2 byly ze spektrografu vypočítané integrály píku, které měly vlnovou délku antimonu 252,8 [nm]. Hodnoty integrálů byly převedeny do tabulky v programu Microsoft Excelu. Tabulka byla zpracována pomocí programu

MATLAB do mapy, kde je znát změna antimonu. V MATLABU se vytvořila matice dané velikosti.

Příkazy pro vytvoření grafu:

- Filename - jméno souboru
- Interp2 - vykreslení pro 2D grafu
- Image - vykreslí výslednou mapu měření



```

>> clear all;
filename = 'tabulka2.xlsx';
A=xlsread(filename);
B=A';
C=fliplr(B);
y=interp2(C,5);
imagesc(y)
  
```

Obr. 3.15: Příkazy v programu MATLAB

3.5.9 Vybrané statistické charakteristiky

Pro výpočty naměřených hodnot, které se nachází v daných tabulkách, byly použity vybrané statistické charakteristiky.

- **Aritmetický průměr**

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (1)$$

- **Rozptyl**

$$S^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (2)$$

- **Směrodatná odchylka**

$$S = \sqrt{S^2} \quad (3)$$

- **Variační koeficient**

$$v = \frac{S}{\bar{x}} \cdot 100[\%] \quad (4)$$

3.6 Výsledky měření

3.6.1 Vzorky tkaniny pro kalibraci metody LIBS

Kalibrační vzorky tkaniny s koncentrací roztoku 0,115mg/g, 0,229mg/g, 0,573mg/g, 1,145mg/g, 2,290mg/g, 5,725mg/g, 11,450mg/g, 22,901mg/g chloridu antimonitého při měření LIBS.

Tab. 3:5: Výsledné hodnoty integrálů píků antimonu kalibračních vzorků pro bavlněnou tkaninu, při měření LIBS pro jednotlivé koncentrace chloridu antimonitého

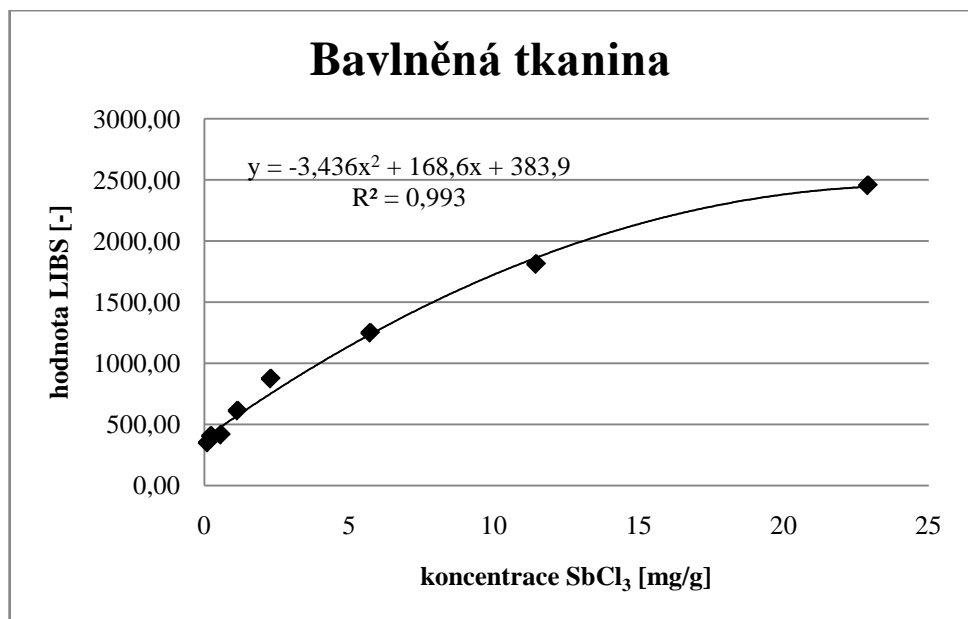
Koncentrace SbCl ₃ [mg/g]	Měření 1	Měření 2	Měření 3	Měření 4	Měření 5	Měření 6	Měření 7	Měření 8
0,115	353,00	196,33	386,50	414,83	482,17	232,58	357,92	384,17
0,229	676,67	266,75	234,58	696,00	214,58	190,40	508,00	459,67
0,573	510,67	60,95	549,58	627,34	574,37	399,00	184,25	418,67
1,145	730,00	434,50	770,50	612,08	394,83	761,00	529,00	667,33
2,290	1159,67	550,33	1176,33	1064,00	678,42	780,92	1112,50	471,33
5,725	1172,50	1090,33	1406,67	1542,17	1194,83	1391,83	1158,67	1036,33
11,450	1341,83	1256,67	2257,83	2065,91	1842,83	2260,83	2002,84	1462,92
22,901	3368,17	1862,33	1910,25	2306,50	2601,42	2600,00	2461,50	2530,08

V tabulce jsou výsledné hodnoty plochy píku získané integrací spektrogramu na vlnové délce 252,8 nm, což je emisní vlnová délka antimonu.

Tab. 3.6: Průměrné hodnoty LIBS pro různé koncentrace chloridu antimonitého z Tab. 3.6

Koncentrace SbCl ₃ [mg/g]	Hodnota LIBS [-]
0	0,00
0,115	350,94
0,229	405,83
0,573	415,60
1,145	612,41
2,290	874,19
5,725	1249,17
11,450	1811,46
22,901	2455,03

Průměrné hodnoty LIBS z Tab. 3.7 byly vyneseny do grafu 3.1.



Graf 3.1: Závislost koncentrace chloridu antimonitého na hodnotě LIBS u vzorků z bavlněné tkaniny

Na tomto grafu můžeme vidět, že se vzrůstající koncentrací chloridu antimonitého kvadraticky vzrůstá i množství antimonu ve vzorcích z bavlněné tkaniny.

Tab. 3.7 : Výsledné hodnoty integrálů píků antimonu kalibračních vzorků pro směšovou tkaninu, při měření LIBS pro jednotlivé koncentrace chloridu antimonitého

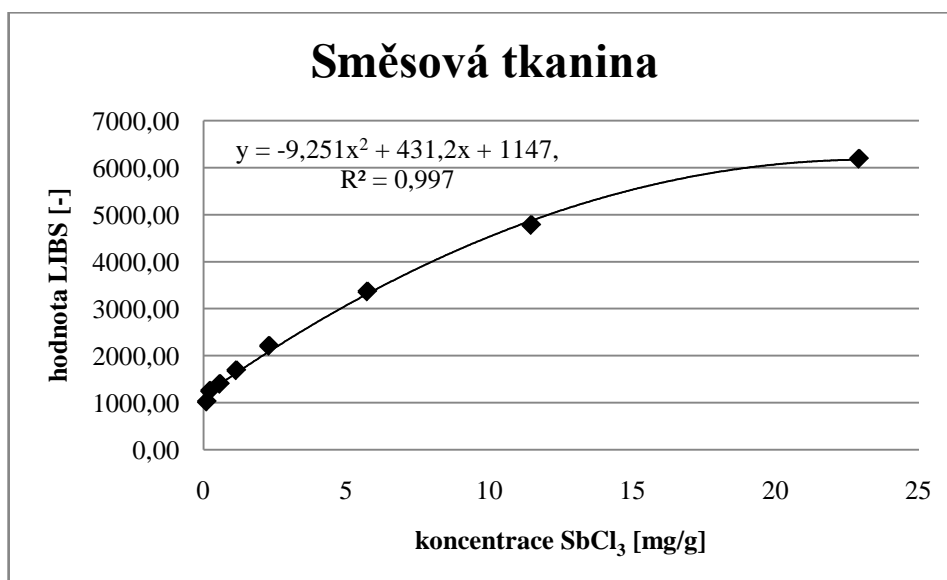
Koncentrace SbCl_3 [mg/g]	Měření 1	Měření 2	Měření 3	Měření 4	Měření 5	Měření 6	Měření 7	Měření 8
0,115	867,92	1364,00	1143,25	1014,92	832,67	1074,33	838,33	1035,25
0,229	1443,33	1050,92	1396,50	1603,00	1347,84	987,33	962,75	1232,00
0,573	1391,00	1204,08	1366,34	1294,33	1610,41	1985,17	1204,50	1133,50
1,145	1644,48	1957,17	2454,83	1173,33	1720,92	1188,75	1716,83	1653,42
2,290	3824,33	1614,67	1705,42	2440,50	1626,17	2343,33	2424,251	1691,00
5,725	2737,42	4211,00	3654,50	3731,17	2844,00	4490,33	2501,33	2751,23
11,450	5724,50	6008,58	4635,91	4685,00	3112,50	4703,50	4065,00	5306,25
22,901	5468,33	6776,67	5020,42	7238,33	7532,00	4570,17	7682,71	5229,83

V tabulce jsou výsledné hodnoty plochy píku získané integrací spektrogramu na vlnové délce 252,8 nm, což je emisní vlnová délka antimonu.

Tab. 3.8: Průměrné hodnoty LIBS pro různé koncentrace chloridu antimonitého z Tab. 3.8

Koncentrace SbCl_3 [mg/g]	Hodnota LIBS [-]
0	0
0,115	1021,33
0,229	1252,96
0,573	1398,67
1,145	1688,72
2,290	2208,71
5,725	3365,12
11,450	4780,16
22,901	6189,81

Průměrné hodnoty LIBS z Tab. 3.9 byly vyneseny do grafu 3.2.



Graf 3.2: Závislost koncentrace chloridu antimonitého na hodnotě LIBS u vzorků ze směšové tkaniny

Na tomto grafu můžeme vidět, že se vzrůstající koncentrací chloridu antimonitého kvadraticky vzrůstá i množství antimonu ve vzorcích ze směšové tkaniny.

3.6.2 Vyhodnocení vzorků tkaniny metody XRF

Po měření na Rentgenové fluorescenční spektroskopie bylo zjištěno množství antimonu ve vzorcích a jeho závislost na koncentraci. Proměřeny byly všechny vzorky tkaniny, jak kalibrační s nánosem roztoku chloridu antimonitého tak i s nánosem

roztoku Myflamu. Zároveň byl proměřen čistý vzorek tkanin bez nánosů, který neměl v sobě žádné stopy antimonu, proto byl označen 0.

Kalibrační vzorky z bavlněné tkaniny

Tab. 3.9 : Výsledné hodnoty měření antimonu pro kalibrační vzorky z bavlněné tkaniny po Rentgenové fluorescenční spektroskopii pro jednotlivé koncentrace chloridu antimonitého

Koncentrace SbCl ₃ [mg/g]	Měření 1	Měření 2	Měření 3
0,115	160	209	235
0,229	547	535	547
0,573	601	648	640
1,145	791	754	791
2,29	1560	1554	1446
5,725	3206	2967	3118
11,45	7066	7183	6901
22,901	12510	12134	12308

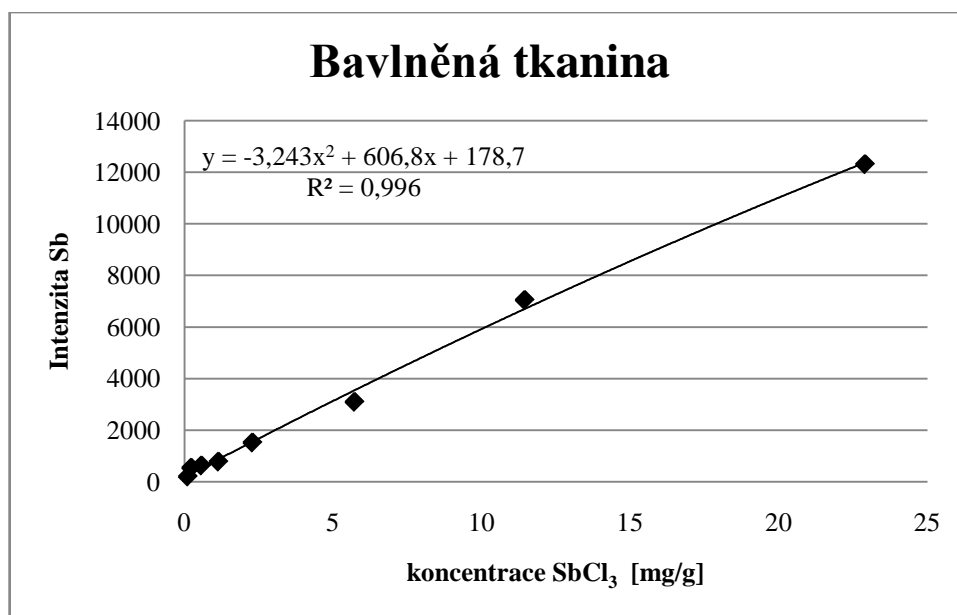
V tabulce jsou výsledné hodnoty intenzity antimonu ze spektrogramu.

Z Tab. 3.10 byly z výsledných hodnot měření vypočítány dle kap. 3.5.9 (ze str. 42) vybrané statistické charakteristiky podle vzorců (1), (2), (3), (4). Výsledná Tab. A.1 je vložena v příloze A.

Tab. 3.10: Průměrné hodnoty intenzity antimonu pro různé koncentrace chloridu antimonitého z Tab. 3.10

Koncentrace SbCl ₃ [mg/g]	Intenzita Sb
0	0,00
0,115	201,33
0,229	543,00
0,573	629,67
1,145	778,67
2,29	1520,00
5,725	3097,00
11,45	7050,00
22,901	12317,33

Průměrné hodnoty měření z Tab. 3.11 byly vyneseny do grafu 3.3.



Graf 3.3: Závislost koncentrace chloridu antimonitého na intenzitě antimonu ze vzorků bavlněné tkaniny

Na tomto grafu můžeme vidět závislost intenzity antimonu na koncentraci chloridu antimonitého. Se vzrůstající koncentrací chloridu antimonitého kvadraticky vzrůstá i množství antimonu ve vzorcích z bavlněné tkaniny.

Kalibrační vzorky ze směsové tkaniny

Tab. 3.11: Výsledné hodnoty měření antimonu pro kalibrační vzorky ze směsové tkaniny po Rentgenové fluorescenční spektroskopii pro jednotlivé koncentrace chloridu antimonitého

Koncentrace SbCl ₃ [mg/g]	Měření 1	Měření 2	Měření 3
0,115	305	243	157
0,229	306	275	327
0,573	443	531	597
1,145	647	602	630
2,29	1016	1140	1230
5,725	2395	2485	2140
11,45	5015	4717	9257
22,901	16429	17583	16211

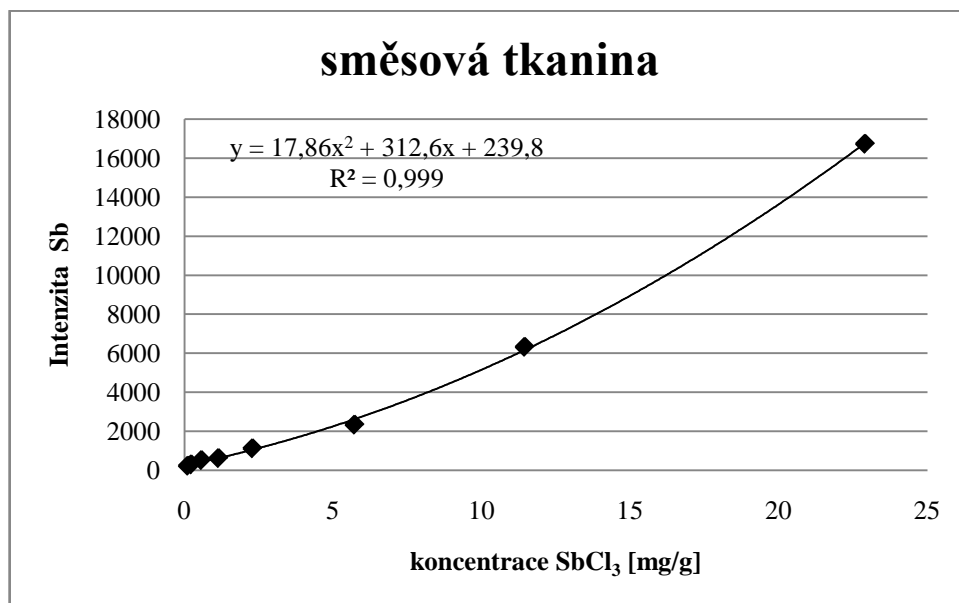
V tabulce jsou výsledné hodnoty intenzity antimonu ze spektrogramu.

Z Tab. 3.12 byly z výsledných hodnot měření vypočítány dle kap. 3.5.9 (ze str. 42) vybrané statistické charakteristiky podle vzorců (1), (2), (3), (4). Výsledná Tab. A.2 je vložena v příloze A.

Tab. 3.12: Průměrné hodnoty intenzity antimonu pro různé koncentrace chloridu antimonitého z Tab. 3.12

Koncentrace SbCl ₃ [mg/g]	Intenzita Sb
0	0,00
0,115	235,00
0,229	302,67
0,573	523,67
1,145	626,33
2,29	1128,67
5,725	2340,00
11,45	6329,67
22,901	16741,00

Průměrné hodnoty měření z Tab. 3.13 byly vyneseny do grafu 3.4.



Graf 3.4: Závislost koncentrace chloridu antimonitého na intenzitě antimonu ze vzorků směsové tkaniny

Na tomto grafu můžeme vidět závislost intenzity antimonu na koncentraci chloridu antimonitého. Se vzrůstající koncentrací chloridu antimonitého kvadraticky vzrůstá i množství antimonu ve vzorcích ze směsové tkaniny.

Vzorky z bavlněné tkaniny.

Tab. 3.13: Výsledné hodnoty měření antimonu z bavlněné tkaniny po Rentgenové fluorescenční spektroskopii pro jednotlivé koncentrace Myflamu

Koncentrace Myflamu [mg/g]	Měření 1	Měření 2	Měření 3
9	167	210	175
18	539	474	516
45	1221	1314	1250
90	1250	3421	3344
180	8200	7463	7959
360	12576	13617	11496
450	23002	21822	22784

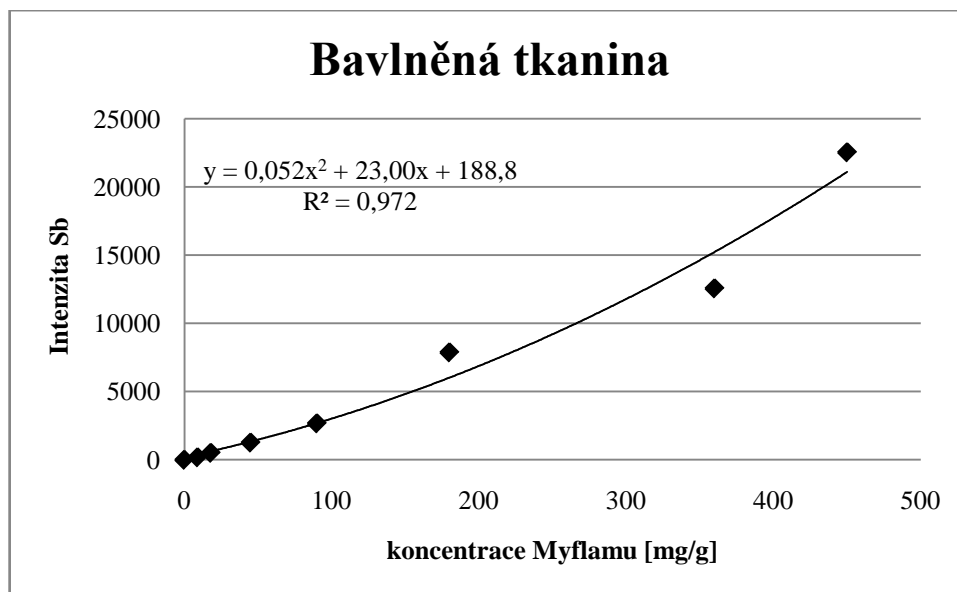
V tabulce jsou výsledné intenzity antimonu ze spektrogramu.

Z Tab. 3.14 byly z výsledných hodnot měření vypočítány dle kap. 3.5.9 (ze str. 42) vybrané statistické charakteristiky podle vzorců (1), (2), (3), (4). Výsledná Tab. A.3 je vložena v příloze A.

Tab. 3.14: Průměrné hodnoty intenzity antimonu pro různé koncentrace Myflamu z Tab. 3.14

Koncentrace Myflamu [mg/g]	Intenzita Sb
0	0,00
9	184,00
18	509,67
45	1261,67
90	2671,67
180	7874,00
360	12563,00
450	22536,00

Průměrné hodnoty měření z Tab. 3.15 byly vyneseny do grafu 3.5.



Graf 3.5: Závislost koncentrace Myflamu na intenzitě antimonu ze vzorků bavlněné tkaniny

Na tomto grafu můžeme vidět závislost intenzity antimonu na koncentraci Myflamu. Se vzrůstající koncentrací Myflamu kvadraticky vzrůstá i množství antimonu ve vzorcích z bavlněné tkaniny.

Vzorky ze směšové tkaniny

Tab. 3.15: Výsledné hodnoty měření antimonu ze směšové tkaniny po Rentgenové fluorescenční spektroskopii pro jednotlivé koncentrace Myflamu

Koncentrace Myflamu [mg/g]	Měření 1	Měření 2	Měření 3
9	421	473	486
18	659	960	825
45	1406	1373	2601
90	3057	4034	3634
180	7431	10928	5992
360	18927	17864	16298
450	30279	32740	25545

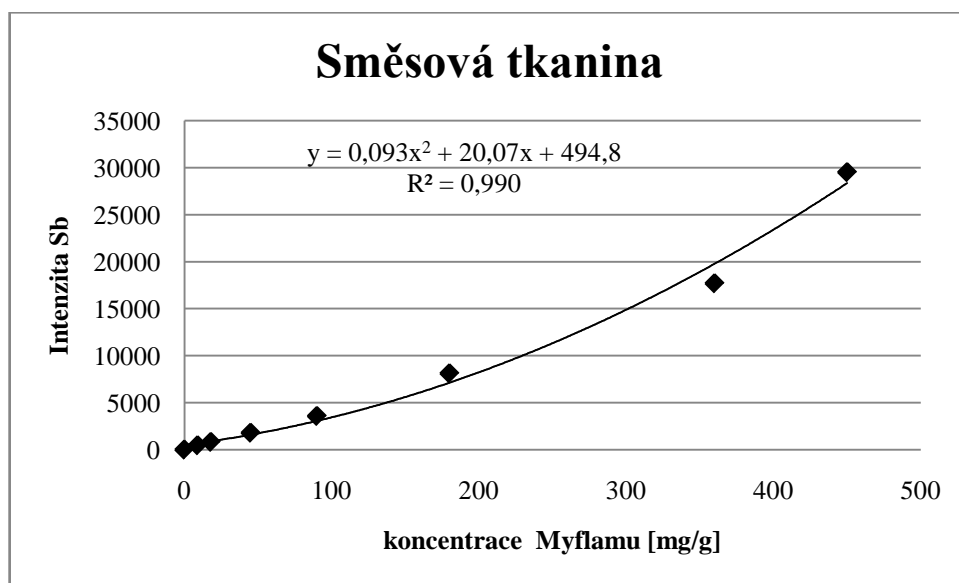
V tabulce jsou výsledné intenzity antimonu ze spektrogramu.

Z Tab. 3.16 byly z výsledných hodnot měření vypočítány z kap. 3.5.9. (ze str. 42) vybrané statistické charakteristiky podle vzorců (1), (2), (3), (4). Výsledná Tab. A.4 je vložena v příloze A.

Tab. 3.16: Průměrné hodnoty intenzit antimonu pro různé koncentrace Myflamu z Tab. 3.16

Koncentrace Myflamu [mg/g]	Intenzita Sb
0	0,00
9	460,00
18	814,67
45	1793,33
90	3575,00
180	8117,00
360	17696,33
450	29521,33

Průměrné hodnoty měření z Tab. 3.17 byly vyneseny do grafu 3.6.



Graf 3.6: Závislost koncentrace Myflamu na intenzitě antimonu ze vzorků směšové tkaniny

Na tomto grafu můžeme vidět závislost intenzity antimonu na koncentraci Myflamu. Se vzrůstající koncentrací Myflamu kvadraticky vzrůstá i množství antimonu ve vzorcích ze směšové tkaniny.

3.6.3 Hodnocení vzorků tkaniny z testování nehořlavé úpravy

Nehořlavá úprava byla testována spalovací zkouškou, ke které byly vybrány vzorky tkaniny o koncentraci Myflamu 9mg/g, 18mg/g, 180 mg/g, 360mg/g, 450mg/g.

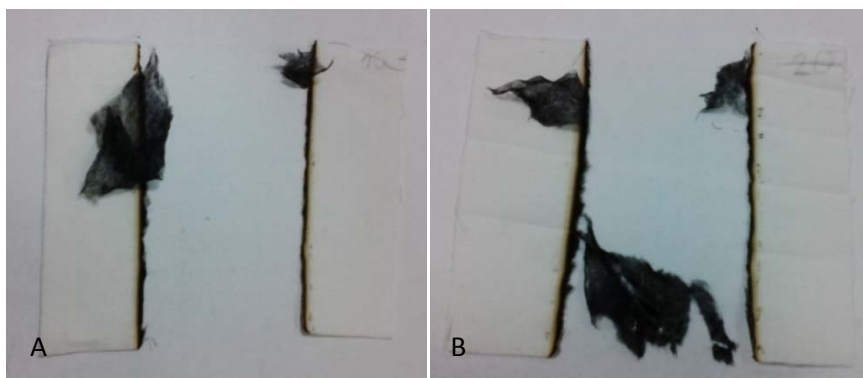
Bavlněná tkanina

Tab. 3.17: Výsledné hodnoty bavlněné tkaniny pro koncentrace Myflamu po spalovací zkoušce z přístroje Atlas HMT Horizontal flame chamber

Bavlněná tkanina	Koncentrace Myflamu [mg/g]	Čas hoření [s]	Shořelá vzdálenost [mm]	Rychlost Hoření [mm/min]
1.	9	96	90	56
2.	18	92	90	59
3.	180	89	90	61
4.	360	23	53	138
5.	450	15	40	160

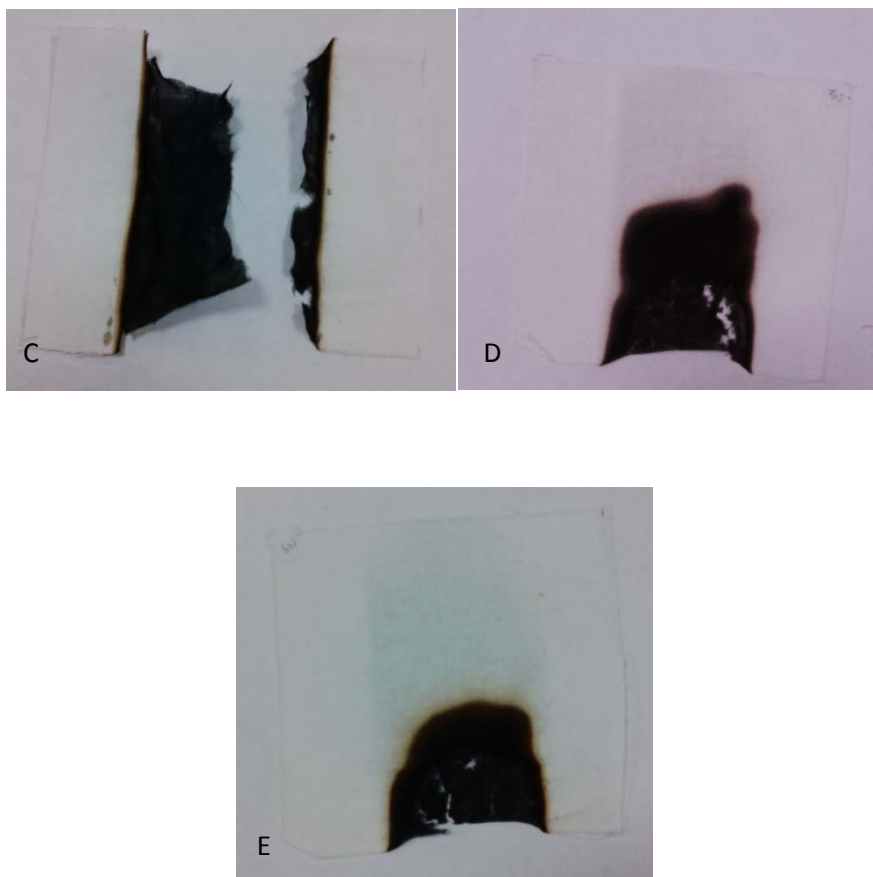
V tabulce jsou výsledné hodnoty po spalovací zkoušce, kdy se měřila doba hoření vzorku tkaniny až do jeho uhasnutí a shořelá vzdálenost. Ze vzorce byla vypočítána rychlost hoření.

Vzorky tkaniny po spalovací zkoušce



Obr. 3.16: A - Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 9 mg/g po spalovací zkoušce

Obr. 3.17: B - Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 18 mg/g po spalovací zkoušce



Obr. 3.18: C - Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 180 mg/g po spalovací zkoušce

Obr. 3.19: D - Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 360 mg/g po spalovací zkoušce

Obr. 3.20: E - Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 450 mg/g po spalovací zkoušce

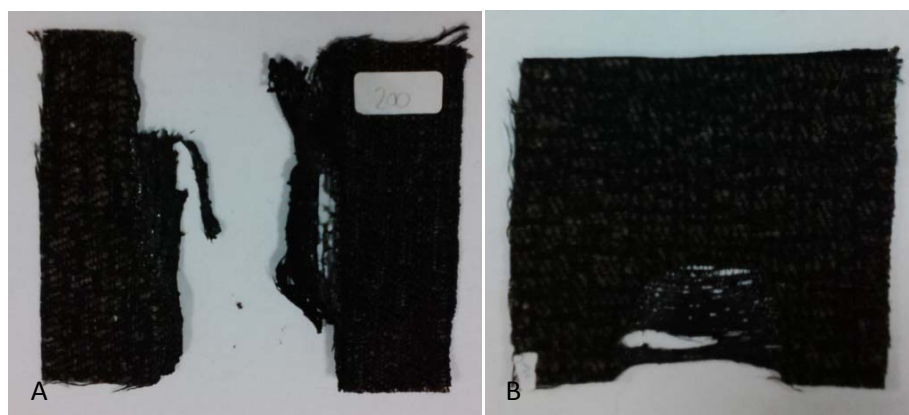
Směšová tkanina

Tab. 3.18: Výsledné hodnoty směšové tkaniny pro koncentrace Myflamu po spalovací zkoušce z přístroje Atlas HMT Horizontal flame chamber

Směšová tkanina	Koncentrace Myflamu [mg/g]	Čas hoření [s]	Shořelá vzdálenost [mm]	Rychlost Hoření [mm/min]
1.	180	90	90	60
2.	360	23	35	91
3.	450	17	30	106

V tabulce jsou výsledné hodnoty po spalovací zkoušce, kdy se měřila doba hoření vzorku tkaniny až do jeho uhasnutí a shořelá vzdálenost. Ze vzorce byla vypočítána rychlost hoření.

Směšové vzorky tkaniny po spalovací zkoušce



Obr. 3.21: A - Směšová tkanina s koncentrací Myflamu 180 mg/g po spalovací zkoušce

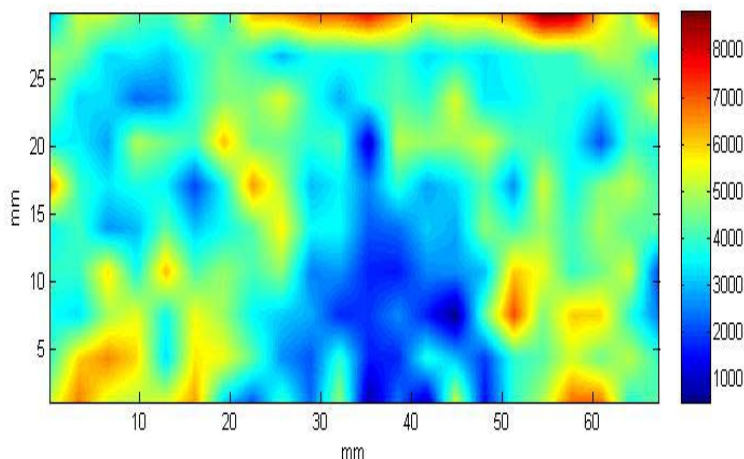
Obr. 3.22: B - Směšová tkanina s koncentrací Myflamu 360 mg/g po spalovací zkoušce

Obr. 3.23: C - Směšová tkanina s koncentrací Myflamu 360 mg/g po spalovací zkoušce

3.6.4 Vyhodnocení mapování vzorků tkaniny metody LIBS

Po měření metodou LIBS na vybraných vzorcích tkanin po spalovací zkoušce byla zjištěna změna antimonu v ploše tkaniny. Výsledné hodnoty z tabulek jsou vloženy do přílohy A.

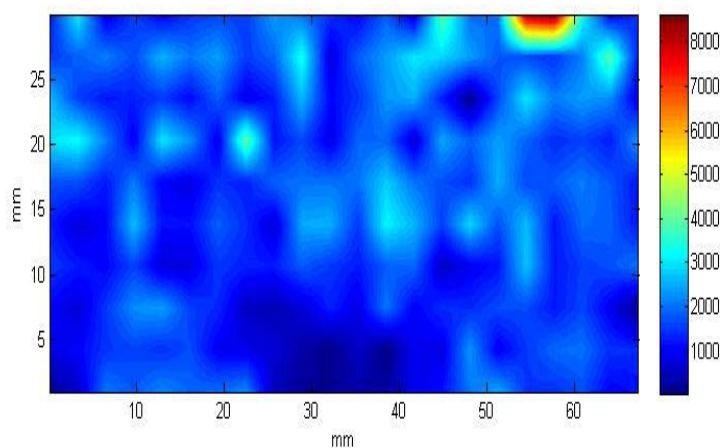
Vzorek bavlněné tkaniny



Graf 3.7: Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 450 mg/g po spalovací zkoušce

Na grafu můžeme vidět změnu antimonu ve vzorku po spalovací zkoušce. Na oblasti, která byla vystavená plamenu lze vidět, že dochází k poklesu koncentrace antimonu ve vzorku tkaniny.

Vzorek směšové tkaniny



Graf 3.8: Směšová tkanina s koncentrací Myflamu 360 mg/g po spalovací zkoušce

Na grafu můžeme vidět změnu antimonu ve vzorku po spalovací zkoušce. Na oblasti, která byla vystavená plamenu lze vidět, že dochází k poklesu koncentrace antimonu ve vzorku tkaniny.

4 Diskuze

Vzorky tkaniny po měření XRF

U Rentgenové fluorescenční spektroskopie, lze vidět závislost intenzity antimonu na koncentraci Myflamu ve vzorcích tkaniny jak u bavlněné, tak i směšové. Takže můžeme říct, že touto metodou byla jasně prokázána přítomnost antimonu ve vzorcích tkaniny.

Vzorky tkaniny po provedení spalovací zkoušky

U spalovací zkoušky nehořlavé úpravy provedené na přístroji Atlas HMF Horizontal flame chamber za expozice plamenem na 15s můžeme říci, že čím větší koncentrace Myflamu na tkaninu, tím pomalejší rychlost hoření tkaniny. Rychlost hoření je ovlivněna složením vzorku tkaniny. Vzorky s vyšší koncentrací Myflamu na tkanině hořeli méně a čas hoření byl kratší než u vzorků s nižší koncentrací. Bylo to způsobeno množstvím antimonu ve vzorku tkaniny, který se při hoření uvolňoval a zpomaloval jeho hoření.

Vzorky tkaniny po mapování metodou LIBS

V mapování na ploše tkaniny metodou LIBS dochází v místě po expozici plamenem k poklesu koncentrace antimonu ve vzorku tkaniny. Antimon se uvolňoval ze vzorku textilie do vzduchu. Změna antimonu je znázorněna na grafu u vzorku z bavlněné tkaniny modrým zabarvením. U grafu ze vzorku směšové tkaniny je změna antimonu méně znatelná a je znázorněna tmavě modrým zabarvením.

5 Závěr

V dnešní době se stále využívá prostředků s obsahem antimonu u nehořlavé úpravy textilií. Jedním ze známých prostředků je Myflam, který byl nanesen na textilie a zkoušen.

Cílem této bakalářské práce bylo sledovat změny koncentrace antimonu v ploše textilie metodou LIBS po expozici plamenem. Experiment byl proveden nánosem nehořlavé úpravy Myflam, který obsahoval antimon, na bavlněnou a směšovou tkaninu. Vzorky tkaniny byly exponovány plamenem po dobu 15s a následně bylo provedeno mapování spektroskopii laserem buzeného plazmatu.

V experimentu byly vzorky bavlněné a směšové tkaniny, na které byl nanesen roztok Myflam klocovacím způsobem na fuláru. Vzorky tkaniny byly sušeny a fixovány v sušárně. Dále byly proměřeny na Rentgenové fluorescenční spektroskopii, kde jde vidět závislost intenzity antimonu na koncentraci Myflamu. Se vzrůstající koncentrací Myflamu vzrůstá množství antimonu ve vzorku. Jak u vzorků ze směšové tkaniny, tak i u bavlněné tkaniny. To znamená, že čím vyšší koncentrace, tím větší množství antimonu ve vzorku.

Nehořlavá úprava byla testována spalovací zkouškou. Vzorky bavlněné i směšové tkaniny byly vystaveny plameni po dobu 15s na přístroji Atlas HMT Horizontal flame chamber a měřilo se od doby hoření až po uhasnutí plamene a vzdálenost co shořela. Vzorky s menší koncentrací Myflamu shořely celé a s vyšší koncentrací jen část vzorku. Znamená to, že nehořlavá úprava zpomalila hoření. Pro lepší zpomalení hoření je potřeba vyšší koncentrace Myflamu.

Dva vybrané vzorky tkaniny byly zmenšeny na velikost 7x5cm, podlepeny lepicí páskou a rozděleny na čtverečky 3x3mm. Rozstříhány na podélné proužky a nalepeny na kovový držák. Následně bylo provedeno mapování antimonu ve vzorcích, které bylo měřeno metodou LIBS na přístroji LEA S-500. Z grafu mapování lze vidět, že při hoření se uvolňoval antimon a tím zpomaloval hoření. V místě, kde byl vzorek exponován plamenem, dochází k poklesu koncentrace antimonu ve vzorku tkaniny. Antimon se z textilie uvolňuje do vzduchu.

Textilie upravena technologií Myflam (od koncentrace 450 mg/g) s antimonem je nehořlavá. Vzhledem k toxicitě antimonu je alarmující zjištění, že se antimon při spalování uvolňuje do ovzduší. Z tohoto důvodu je využívání úprav na bázi antimonu nevhodné a to zejména v interiérech.

Metoda LIBS je velmi vhodná pro mapování prvkového složení textilií, pokud je třeba sledovat plochy řádů čtverečných milimetrů až centimetrů. Pro plochy větší se osvědčila metoda XRF. Metoda LIBS v této práci umožnila sledovat změny antimonu v ploše textilie exponované plamenem. Metodika mapování prvkového složení použitá v této práci je vhodná k jakémukoliv mapování prvkového složení textilie.

Seznam literatury

- [1] BLAŽEJ, A. a KOLEKTIV. *Špecialne chemické úpravy textilií*. Bratislava: Bratislava Alfa, 1986. 1.vydání. ISBN 63-261-86.
- [2] TILKOVSKÁ, M. a J. FRYNTA. *Pokroky vědy a techniky v textilním průmyslu Zušlechťování*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1982. 1.vydání.
- [3] KRYŠTŮFEK, J., D. MACHAŇOVÁ, J. ODVÁRKA, M. PRÁŠIL a J. WIENER. *Zušlechťování textilií* [online]. Liberec: skriptum TU Liberec, 2002. Dostupné z: <https://skripta.ft.tul.cz/databaze/data/2003-02-17/14-20-47.pdf>
- [4] VIK, M. a M. VIKOVÁ. *Finální úpravy textilií* [online]. 3. březen 2015. Dostupné z: www.ft.tul.cz/depart/ktc/sylaby/ZUT/ZUT%2017.pdf.
- [5] DE BOECK, Marlies, Micheline KIRSCH-VOLDERS a Dominique LISON. Cobalt and antimony: genotoxicity and carcinogenicity. *Mutation Research/Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis* [online]. 2003, roč. 533, č. 1–2, Metals and Human Cancer, s. 135–152 [vid. 2. březen 2015]. ISSN 0027-5107. Dostupné z: doi:10.1016/j.mrfmmm.2003.07.012
- [6] PERIODICKÁ TABULKA PRVKŮ. Antimon. *Periodická tabulka prvků* [online]. 3. březen 2015. Dostupné z: <http://www.prvky.com/51.html>
- [7] COMMONS:USER:PUMBAA. *English: Electron configuration (no language or descriptive labels)* [online]. 3. březen 2015 [vid. 19. leden 2015]. Dostupné z: http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Electron_shell_051_Antimony_-_no_label.svg
- [8] FILELLA, Montserrat, Nelson BELZILE a Yu-Wei CHEN. Antimony in the environment: a review focused on natural waters: I. Occurrence. *Earth-Science Reviews* [online]. 2002, roč. 57, č. 1–2, s. 125–176 [vid. 3. březen 2015]. ISSN 0012-8252. Dostupné z: doi:10.1016/S0012-8252(01)00070-8
- [9] PILLER, Bohumil a Otto LEVINSKÝ. *Malá encyklopedie textilních materiálů*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1982. 2.vydání.
- [10] KAVÁLEK, Jaroslav. *Bavlna*. B.m.: Jaroměř ČSVTS, 1978.
- [11] KOZLOVSKÁ, Hana a Bohuslava BOHANESOVÁ. *Oděvní materiály*. B.m.: Praha: Informatorium, 1998. ISBN 80-85427-28-9.
- [12] POSPÍŠIL, Z. a KOLEKTIV. *Průručka textilního odborníka*. B.m.: Praha: SNTL, 1981. ISBN 04-825-81.
- [13] Ustası Burada - Türkiye'nin usta bulma platformu. *Ustası Burada* [online]. 3. březen 2015 [vid. 15. březen 2015]. Dostupné z: <https://www.ustasiburada.com/search?q=bursa>
- [14] WIENER, Jakub, Mária PRŮŠOVÁ Jiří KRYŠTŮFEK, TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI a KATEDRA TEXTILNÍ CHEMIE. *Chemicko-*

textilní rozborů. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2008. ISBN 9788073723385 8073723387.

- [15] HLADÍK, Vladimír a KOLEKTIV. *Textilní vlákna*. B.m.: Praha: SNTL, 1970.
- [16] MICHALCOVÁ, Dana. *Botanická Fotogalerie* [online]. 3. březen 2015 [vid. 19. leden 2015]. Dostupné z: http://www.botanickafotogalerie.cz/fotogalerie.php?lng=cz&latName=Linum%20usitatissimum&czName=len%20set%C3%BD&title=Linum%20usitatissimum%20%7C%20len%20set%C3%BD&showPhoto_variant=photo_description&show_sp_descr=true&spec_syntax=species&sortby=lat
- [17] SLAVÍK, Martin a Jan GRÉGR. *CHE 11: Makromolekulární Sloučeniny* [online]. 5 2015 [vid. 9. květen 2015]. Dostupné z: <http://www.slideshare.net/kchtul/che-makromolekularni-slouceniny>
- [18] CREMERS, David A. *Handbook of laser-induced breakdown spectroscopy*. Chichester, West Sussex, England ; Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2006. ISBN 0470092998.
- [19] ESSINGTON, M. E., G. V. MELNICHENKO, M. A. STEWART a R. A. HULL. *Soil Metals Analysis Using Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)*. B.m.: Soil Science Society of America Journal, 2009.
- [20] LAPŠANSKÁ, H. *Laserové technologie v praxi* [online]. 3. září 2015. Dostupné z: <http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/granty/laser-prez.pdf>
- [21] *Astronomia - astronomický server fakulty pedagogické ZČU* [online]. 1. leden 2006 [vid. 19. leden 2015]. Dostupné z: <http://hvezdy.astro.cz/charakteristika/4-spektralni-typy-hvezd>
- [22] Lao průmyslové systémy. *Základní princip laseru a jejich dělení* [online]. 3. březen 2015. Dostupné z: <http://www.lao.cz/serial-princip-a-typy-laseru.htm>
- [23] SINGH, V. K. a A. K. RAI. *Prospects for laser-induced breakdown spectroscopy for biomedical applications: a review*. B.m.: Springer-Verlag London Ltd, 2011.
- [24] SAMEK, Ota, Vladislav KRZYŹÁNEK, David C. S. BEDDOWS, Helmut H. TELLE, Josef KAISER a Miroslav LIŠKA. Material Identification Using Laser Spectroscopy and Pattern Recognition Algorithms. In: Władysław SKARBK, ed. *Computer Analysis of Images and Patterns* [online]. B.m.: Springer Berlin Heidelberg, 2001 [vid. 9. březen 2015], Lecture Notes in Computer Science, 2124, s. 443–450. ISBN 978-3-540-42513-7, 978-3-540-44692-7. Dostupné z: http://link.springer.com/chapter/10.1007/3-540-44692-3_54
- [25] NOVOTNÝ, Karel, Jozef KAISER, Aleš HRDLIČKA, Radomír MALINA, Tomáš VÉMOLA, David PROCHAZKA, Jan NOVOTNÝ a Viktor KANICKÝ. *Spektroskopie laserem buzeného plazmatu (LIBS)* [online]. 2010, roč. 60, č. 4-5 [vid. 9. březen 2015]. ISSN 0009-0700. Dostupné z: <http://www.muni.cz/research/publications/918919>

- [26] MIZIOLEK, Andrzej W., V. PALLESCHI a Israel SCHECHTER, ed. *Laser-induced breakdown spectroscopy (LIBS): fundamentals and applications*. Cambridge, UK ; New York: Cambridge University Press, 2006. ISBN 0521852749.
- [27] *Laserový elementární analyzátoru LEA S500* [online]. 3. březen 2015. Dostupné z: <http://www.solinstruments.com/en/analysis/elemental-analys/lea-s500/description#>
- [28] PASQUINI, Celio, Juliana CORTEZ, Lucas M. C. SILVA a Fabiano B. GONZAGA. Laser Induced Breakdown Spectroscopy. *Journal of the Brazilian Chemical Society* [online]. 2007, roč. 18, č. 3, s. 463–512 [vid. 10. květen 2015]. ISSN 0103-5053. Dostupné z: doi:10.1590/S0103-50532007000300002
- [29] NOVOTNÝ, K., VACULOVÍČ, M. T., & KANICKÝ, V. *Analýza pevných vzorků Soubor úloh laboratorního cvičení*. [online]. B.m.: Brno: Masarykova Univerzita, Katedra analytické chemie, 2005. Dostupné z: <http://www.chemi.muni.cz/~lpca/LIBS+LA+SOES+XRF.pdf>.
- [30] VODIČKOVÁ V. *Spektroskopie subvalenčních elektronů* [online]. 16. březen 2015. Dostupné z: https://nanoed.tul.cz/pluginfile.php/4950/mod_resource/content/1/MNI_8_EPMA.pdf
- [31] *Spektrometr ElvaX II* [online]. 23. březen 2015. Dostupné z: <http://www.rmi.cz/elvax-x-ii>

Seznam použitých symbolů a zkratk

Sb	antimon
HSbF ₆	kyselina hexafluoroantimoničná
Sb ₂ O ₃	oxid antimonitý
Na ₂ SbO ₄	antimoničnan sodný
PES	Polyester
PA	Polyamid
CO ₂	oxid uhličitý
In	len
LIBS	spektrometrie laserem buzeného plazmatu
LEA S500	laserový prvkový analyzátor S500
Laser Nd:YAG	neodymem dopovaný yttrium aluminium granát
CCD	charge-coupled device
Au	zlato
Cu	měď
Pd	paladium
SbCl ₃	chlorid antimonitý
C ₃ H ₈ O	isopropanol
XRF	rentgenová fluorescenční spektroskopie
HMV	horizontální plamenová komora

Seznam obrázků

Obr. 2.2: Schéma procesu hoření[3]	10
Obr. 2.1: Elektronový obal atomu antimonu[7].....	14
Obr. 2.3: Bavlna[13]	17
Obr. 2.4: Průřez bavlněného vlákna [14].....	18
Obr. 2.5: Základní strukturní jednotka celulózy - celobióza [14].....	19
Obr. 2.6: Len setý[16].....	20
Obr. 2.7: Obecný vzorec polyesteru[17].....	22
Obr. 2.8: Základní schéma zařízení metody LIBS[18].....	23
Obr. 2.9: Spojité, absorpční a emisní spektrum [21]	24
Obr. 2.10: Základní schéma laseru[22].....	26
Obr. 2.12: Interakce částic a fotonů o vysoké energii s atomem - proces primární a sekundární excitace [30]	28
Obr. 3.1: a) bavlněná tkanina, b) směšová tkanina	30
Obr. 3.2: Fulár.....	32
Obr. 3.3: Laserový elementární analyzátor LEA S500.....	33
Obr. 3.4:Nastavení podmínek Hardware	33
Obr. 3.5: Fluorescenčního spektrometru ElvaX II.....	34
Obr. 3.6: Přístroj Atlas HVM Horizontal flame chamber.....	34
Obr. 3.7: Sušení vzorků na kovové sítě	36
Obr. 3.8: Petriho miska se vzorky materiálu a roztokem chloridu antimonitého	37
Obr. 3.9: Tkanina upnutá do umělohmotného prstence (a), vložena do přístroje (b).....	38
Obr. 3.10: Plocha píku antimonu (z bodu A po bod B) ze směšové textilie o koncentraci 0,115 mg/g SbCl ₃	39
Obr. 3.11: Spektrograf z měření XRF antimonu na bavlněné tkaniny o koncentraci Myflamu 180 mg/g	39
Obr. 3.12: Vložení vzorku do přístroje Atlas HVM Horizontal flame chamber	40
Obr. 3.13: Rozdělení bavlněné tkaniny na čtverečky 3x3mm.....	41
Obr. 3.14: Kovový držák s přilepeným vzorkem tkaniny.....	41
Obr. 3.15: Příkazy v programu MATLAB	42
Obr. 3.16: A - Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 9 mg/g po spalovací zkoušce	52
Obr. 3.17: B - Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 18 mg/g po spalovací zkoušce	52

Obr. 3.18: C - Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 180 mg/g po spalovací zkoušce	53
Obr. 3.19: D - Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 360 mg/g po spalovací zkoušce.....	53
Obr. 3.20: E - Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 450 mg/g po spalovací zkoušce	53
Obr. 3.21: A - Směsová tkanina s koncentrací Myflamu 180 mg/g po spalovací zkoušce	54
Obr. 3.22: B - Směsová tkanina s koncentrací Myflamu 360 mg/g po spalovací zkoušce	54
Obr. 3.23: C - Směsová tkanina s koncentrací Myflamu 360 mg/g po spalovací zkoušce	54

Seznam tabulek

Tab. 3.2: Nanášení Myflamu na bavlněnou textilií s plošnou hmotností 159 g/m ²	35
Tab. 3.3: Nanášení Myflamu na směšovou textilií s plošnou hmotností 478 g/m ²	35
Tab. 3.4 : Nanášení SbCl ₃ z izopropanolu na bavlněnou textilií s plošnou hmotností 159 g/m ²	37
Tab. 3.5: Nanášení SbCl ₃ z izopropanolu na směšovou textilií s plošnou hmotností 478 g/m ²	38
Tab. 3.6: Výsledné hodnoty integrálů píků antimonu kalibračních vzorků pro bavlněnou tkaninu, při měření LIBS pro jednotlivé koncentrace chloridu antimonitého	43
Tab. 3.7: Průměrné hodnoty LIBS pro různé koncentrace chloridu antimonitého z Tab. 3.6	43
Tab. 3.8 : Výsledné hodnoty integrálů píků antimonu kalibračních vzorků pro směšovou tkaninu, při měření LIBS pro jednotlivé koncentrace chloridu antimonitého	44
Tab. 3.9: Průměrné hodnoty LIBS pro různé koncentrace chloridu antimonitého z Tab. 3.8	45
Tab. 3.10 : Výsledné hodnoty měření antimonu pro kalibrační vzorky z bavlněné tkaniny po Rentgenové fluorescenční spektroskopii pro jednotlivé koncentrace chloridu antimonitého	46
Tab. 3.11: Průměrné hodnoty intenzity antimonu pro různé koncentrace chloridu antimonitého z Tab. 3.10	46
Tab. 3.12: Výsledné hodnoty měření antimonu pro kalibrační vzorky ze směšové tkaniny po Rentgenové fluorescenční spektroskopii pro jednotlivé koncentrace chloridu antimonitého	47
Tab. 3.13: Průměrné hodnoty intenzity antimonu pro různé koncentrace chloridu antimonitého z Tab. 3.12	48
Tab. 3.14: Výsledné hodnoty měření antimonu z bavlněné tkaniny po Rentgenové fluorescenční spektroskopii pro jednotlivé koncentrace Myflamu	49
Tab. 3.15: Průměrné hodnoty intenzity antimonu pro různé koncentrace Myflamu z Tab. 3.14	49
Tab. 3.16: Výsledné hodnoty měření antimonu ze směšové tkaniny po Rentgenové fluorescenční spektroskopii pro jednotlivé koncentrace Myflamu	50
Tab. 3.17: Průměrné hodnoty intenzit antimonu pro různé koncentrace Myflamu z Tab. 3.16	51

Tab. 3.18: Výsledné hodnoty bavlněné tkaniny pro koncentrace Myflamu po spalovací zkoušce z přístroje Atlas HMT Horizontal flame chamber.....	52
Tab. 3.19: Výsledné hodnoty směsové tkaniny pro koncentrace Myflamu po spalovací zkoušce z přístroje Atlas HMT Horizontal flame chamber.....	53
Tab. A.1: Výsledné hodnoty vybrané statistické charakteristiky pro kalibrační vzorky bavlněné textilií o koncentraci SbCl_3 z Tab. 3.10 (ze 3 měření)	68
Tab.A.2: Výsledné hodnoty vybrané statistické charakteristiky pro kalibrační vzorky směsové textilií o koncentraci SbCl_3 z Tab. 3.12 (ze 3 měření).....	68
Tab. A.3: Výsledné hodnoty vybrané statistické charakteristiky pro bavlněnou textilii o koncentrací Myflamu z Tab. 3.14 (ze 3 měření).....	69
Tab. A.4: Výsledné hodnoty vybrané statistické charakteristiky pro směsovou textilii o koncentraci Myflamu z Tab. 3.16 (ze 3 měření).....	69
Tab. A.5: Pro mapování bavlněné tkaniny s koncentrací Myflamu 450 mg/g po spalovací zkoušce	70
Tab. A.6: Pro mapování směsové tkaniny s koncentrací Myflamu 360 mg/g po spalovací zkoušce	70

Seznam grafů

Graf 3.1: Závislost koncentrace chloridu antimonitého na hodnotě LIBS u vzorků z bavlněné tkaniny	44
Graf 3.2: Závislost koncentrace chloridu antimonitého na hodnotě LIBS u vzorků ze směsové tkaniny	45
Graf 3.3: Závislost koncentrace chloridu antimonitého na intenzitě antimonu ze vzorků bavlněné tkaniny	47
Graf 3.4: Závislost koncentrace chloridu antimonitého na intenzitě antimonu ze vzorků směsové tkaniny.....	48
Graf 3.5: Závislost koncentrace Myflamu na intenzitě antimonu ze vzorků bavlněné tkaniny	50
Graf 3.6: Závislost koncentrace Myflamu na intenzitě antimonu ze vzorků směsové tkaniny	51
Graf 3.7: Bavlněná tkanina s koncentrací Myflamu 450 mg/g po spalovací zkoušce....	55
Graf 3.8: Směsová tkanina s koncentrací Myflamu 360 mg/g po spalovací zkoušce	55

Přílohy

Příloha A - Tabulky z vybrané statistické charakteristiky

Tab. A.1: Výsledné hodnoty vybrané statistické charakteristiky pro kalibrační vzorky bavlněné textilií o koncentraci SbCl_3 z Tab. 3.10 (ze 3 měření)

Koncentrace SbCl_3 [mg/g]	Aritmetický průměr	Rozptyl	Směrodatná odchylka	Variační koeficient [%]
0,115	201	967	31	15
0,229	543	32	6	1
0,573	630	422	21	3
1,145	779	304	17	2
2,29	1520	2744	52	3
5,725	3097	9741	99	3
11,45	7050	13382	116	2
22,901	12317	23606	154	1

Tab.A.2: Výsledné hodnoty vybrané statistické charakteristiky pro kalibrační vzorky směsové textilií o koncentraci SbCl_3 z Tab. 3.12 (ze 3 měření)

Koncentrace SbCl_3 [mg/g]	Aritmetický průměr	Rozptyl	Směrodatná odchylka	Variační koeficient [%]
0,115	235	3683	61	26
0,229	303	456	21	7
0,573	524	3980	63	12
1,145	626	344	19	3
2,29	1129	7697	88	8
5,725	2340	21350	146	6
11,45	6330	4299441	2074	33
22,901	16741	362403	602	4

Tab. A.3: Výsledné hodnoty vybrané statistické charakteristiky pro bavlněnou textilii o koncentrací Myflamu z Tab. 3.14 (ze 3 měření)

Koncentrace Myflamu [mg/g]	Aritmetický průměr	Rozptyl	Směrodatná odchylka	Variační koeficient [%]
9	184	349	19	10
18	510	724	27	5
45	1262	1510	39	3
90	2672	1011556	1006	38
180	7874	94141	307	4
360	12563	749858	866	7
450	22536	262819	513	2

Tab. A.4: Výsledné hodnoty vybrané statistické charakteristiky pro směšovou textilii o koncentraci Myflamu z Tab. 3.16 (ze 3 měření)

Koncentrace Myflamu [mg/g]	Aritmetický průměr	Rozptyl	Směrodatná odchylka	Variační koeficient [%]
9	460	789	28	6
18	815	15154	123	15
45	1793	326344	571	32
90	3575	160829	401	11
180	8117	4295981	2078	26
360	17696	1165996	1080	6
450	29521	8915034	2986	10

Tab. A.5: Pro mapování bavlněné tkaniny s koncentrací Myflamu 450 mg/g po spalovací zkoušce

Měření Řádek	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	1439	1210	791	2330	1173	1197	2025	44	1392	1153
2	985	3958	2221	1254	1773	1838	1722	939	1442	1007
3	3311	2105	2385	1573	2089	1954	1538	1621	1990	1693
4	8632	1451	2107	1387	1798	1191	1207	1207	1913	1409
5	8115	1642	3014	1877	1633	2673	2720	1660	1500	1475
6	2067	1780	1628	2432	2529	1693	1170	1666	931	2468
7	1981	2380	136	1849	1420	2897	929	1349	2309	2042
8	3923	2885	1245	2475	1691	1557	552	1407	829	1125
9	724	3031	2513	675	2026	2587	1936	969	963	903
10	1840	2353	2313	1901	2790	3144	1820	2036	32	220
11	1034	1828	1457	1903	2008	1491	1222	831	594	287
12	1466	768	1051	850	2007	2544	1508	1303	57	162
13	2033	3315	2612	1632	1996	2482	1812	694	320	162
14	2384	1895	1250	1167	1892	692	1248	409	712	490
15	1534	1549	859	4063	1262	1407	1284	572	847	2183
16	1632	2392	1835	854	1433	1839	1486	1345	931	1936
17	1464	2055	1075	2288	818	1130	790	1546	1682	1885
18	998	2568	1510	3024	988	1153	723	2377	1418	2175
19	1593	1678	1280	932	2095	2687	1593	2225	1591	1779
20	819	2120	1208	2111	1206	1055	1033	1474	1474	2036
21	3097	1847	1560	3249	1703	722	1219	716	1023	600
22	1224	1504	2672	2964	1719	1282	1510	1040	855	116

Tab. A.6: Pro mapování směsové tkaniny s koncentrací Myflamu 360 mg/g po spalovací zkoušce

Měření Řádek	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	7511,00	3371,83	5471,67	3588,67	4152,17	4341,00	1896,75	2416,50	3952,83	4363,83
2	4785,58	4782,67	4149,00	4122,16	5104,00	4247,75	5296,33	3841,00	5087,25	3802,83
3	6039,58	4970,08	3349,67	2056,92	4653,42	4934,42	4444,00	5986,67	4415,33	6763,50
4	8631,83	3944,34	3867,50	3625,50	3560,83	4022,83	3943,17	6008,67	5266,83	6854,17
5	8809,33	4000,00	3867,50	4050,50	5261,50	4777,33	5488,67	4558,67	4240,75	4927,67
6	6800,07	3690,00	3475,08	4258,00	2620,06	4041,75	6048,58	7121,50	3886,08	3932,00
7	6123,19	3284,83	3366,75	5316,66	4227,67	4708,00	2980,50	4355,00	1890,67	1520,50
8	6071,73	3605,33	5340,42	4786,08	3235,17	2840,50	2667,50	478,17	3015,75	5192,33
9	5595,00	3243,67	3858,17	4780,41	2786,00	3145,50	2553,67	1635,17	3798,67	890,58
10	6660,18	4042,33	4261,67	5045,00	3919,92	2305,67	1588,70	2620,50	1710,83	2412,92
11	7862,42	3626,17	3778,83	970,67	2527,50	2129,33	1673,75	1868,67	1645,00	646,50
12	7104,07	3682,67	2876,08	4152,67	3481,84	3608,17	2709,83	1711,92	3927,50	4825,41
13	7140,14	3646,00	3859,67	3872,00	2998,39	3556,50	2495,69	2882,67	2132,42	2264,42
14	6525,10	2892,00	5389,50	4368,17	4981,41	5684,00	4722,58	3125,67	2620,67	3993,50
15	6251,81	3912,83	4611,67	4506,67	6488,67	4230,67	4117,33	3500,50	4323,25	2155,33
16	3692,33	4498,00	4650,00	6132,17	3585,67	3590,17	4783,67	4828,00	5503,83	3267,25
17	5175,33	3757,75	3818,50	4043,83	1964,70	3099,67	4145,25	5543,17	5759,17	6386,67
18	4124,83	3108,17	2497,00	4438,33	3492,92	4312,83	6177,17	3586,00	3291,25	5331,33
19	4288,66	3458,17	2298,34	5004,17	3762,75	2953,00	3653,84	5460,67	5919,50	5029,67
20	5237,17	3229,00	3323,33	2783,17	3411,33	2671,50	5845,67	4882,83	6611,00	5355,75
21	5266,92	4478,50	3185,33	3435,75	3939,33	4038,67	3955,50	3302,42	5972,67	6682,75
22	2850,83	4853,17	4608,50	3487,33	6652,67	3561,58	3904,50	3632,33	3889,50	5155,75